

(19) 【発行国】 日本国特許庁 ( J P )

(12) 【公報種別】 公開特許公報 ( A )

(11) 【公開番号】 特開 2 0 0 1 - 2 0 1 3 6 ( P 2 0 0 1 - 2 0 1 3 6 A )

(43) 【公開日】 平成 1 3 年 1 月 2 3 日 ( 2 0 0 1 . 1 . 2 3 )

(54) 【発明の名称】 仮撚加工に適したポリエステル繊維及び製造方法

(51) 【国際特許分類第 7 版】

D01F 6/62 301

306

B65H 55/04

D01H 7/02

【 F I 】

D01F 6/62 301 K

306 P

B65H 55/04

D01H 7/02 C

【審査請求】 有

【請求項の数】 1 4

【出願形態】 O L

【全頁数】 2 1

(21) 【出願番号】 特願平 1 1 - 1 9 7 1 6 0

(22) 【出願日】 平成 1 1 年 7 月 1 2 日 ( 1 9 9 9 . 7 . 1 2 )

(71) 【出願人】

【識別番号】 0 0 0 0 0 0 0 3 3

【氏名又は名称】 旭化成工業株式会社

【住所又は居所】 大阪府大阪市北区堂島浜 1 丁目 2 番 6 号

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan Unexamined Patent Publication 2001 - 20136(P2001 - 20136A)

(43) [Publication Date of Unexamined Application] Heisei 13 year January 23 days (2001.1.23)

(54) [Title of Invention] ARE SUITED FOR FALSE-TWISTING POLYESTER FIBER AND MANUFACTURING METHOD WHICH

(51) [International Patent Classification 7th Edition]

D01F 6/62 301

306

B65H 55/04

D01H 7/02

[FI]

D01F 6/62 301 K

306 P

B65H 55/04

D01H 7/02 C

[Request for Examination] Examination requested

[Number of Claims] 14

[Form of Application] OL

[Number of Pages in Document] 21

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 11 - 19716 0

(22) [Application Date] 1999 July 12 day (1999.7.12)

(71) [Applicant]

[Applicant Code] 000000033

[Name] ASAHI CHEMICAL INDUSTRY CO. LTD. (DB 69-053-53 64)

[Address] Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Dojimahama 1-Chome 2-6

## (72) 【発明者】

【氏名】 藤本 克宏

【住所又は居所】 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内

## (72) 【発明者】

【氏名】 加藤 仁一郎

【住所又は居所】 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内

## (74) 【代理人】

【識別番号】 100095902

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊藤 稔 (外3名)

【テーマコード (参考)】 3F1154L0354L056

【Fターム (参考)】 3F115 BA03 BA18 4L035 BB33 BB61 B B77 DD20 EE01 EE20 FF08 HH05 4L056 AA35 BE07 EC03 EC

## (57) 【要約】

【課題】 巻締まりおよびバルジの発生を抑制することにより工業的に製造が可能であり、かつ長期間にわたって同一条件で、毛羽や糸切れ無く安定して延伸仮撚加工が可能な部分配向PTT繊維を提供する。

【解決手段】 ① 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位からなり、且つ特定の物性要件を満たすポリトリメチレンテレフタレート繊維。② そのチーズ状パッケージ。③ 該繊維からの溶融マルチフィラメントを、紡口直下に設けた特定の雰囲気温度下で保温領域を通過させ、急冷して固体マルチフィラメントに変え、仕上げ剤を付与後、特定温度で熱処理後、特定巻取張力にて高速で巻取する方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)～(5)の要件を満足することを特徴とするポリエステル繊維。

- (1) 密度 : 1.320～1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) 複屈折率 : 0.030～0.070  
 (3) 熱応力のピーク値 : 0.01～0.12 g/d

## (72) [Inventor]

[Name] Fujimoto Katsuhiro

[Address] Inside of Miyazaki Prefecture Nobeoka City Asahi-cho 6-Chome 4 100 Asahi Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-053-5364)

## (72) [Inventor]

[Name] Kato Jinichiro

[Address] Inside of Miyazaki Prefecture Nobeoka City Asahi-cho 6-Chome 4 100 Asahi Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-053-5364)

## (74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Applicant Code] 100095902

[Patent Attorney]

[Name] ITO MINORU (3 OTHERS)

[Theme Code (Reference)] 3F1154L0354L056

## (57) [Abstract]

[Problem] Production is possible in industrially by controlling occurrence of the tightening and bulge, at same time over long period, with the identical condition, stabilizing without feather and yarn break it offers portion orientation PTT fiber where drawing false-twisting is possible.

[Means of Solution] Poly trimethylene terephthalate fiber where circle-1. 90 mole% or greater consists of trimethylene terephthalate repeat unit, fills up and specific property requisite. cheese package of circle-2. . Passing temperature-holding region under specific atmospheric temperature which provides the dissolving multifilament from circle-3. said fiber, in spinneret directly below, quench doing, the method which it changes into solid multifilament, finishing agent after granting, with the specific temperature after heat treatment, with specific winding tension it retracts with high speed.

## [Claim(s)]

[Claim 1] Polyester fiber which designates that it consists of poly trimethylene terephthalate where the 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of the below-mentioned (1) to (5) as feature.

- (1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070  
 (3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d

(4) 沸水収縮率 : 3 ~ 20 %

(5) 破断伸度 : 40 ~ 140 %

【請求項2】 下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06~0.20であることを特徴とする、請求項1記載のポリエステル繊維。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【請求項3】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)~(5)の要件を満足し、更に該繊維がチーズ状パッケージに巻かれていることを特徴とするポリエステル繊維。

(1) 密度 : 1.320 ~ 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) 複屈折率 : 0.030 ~ 0.070

(3) 熱応力のピーク値 : 0.01 ~ 0.12 g/d

(4) 沸水収縮率 : 3 ~ 20 %

(5) 破断伸度 : 40 ~ 140 %

【請求項4】 下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06~0.20であることを特徴とする、請求項3記載のポリエステル繊維。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【請求項5】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)~(5)の要件を満足し且つポリエステル繊維が巻き付けられ、バルジ率が20%以下であることを特徴とする、チーズ状パッケージ。

(1) 密度 : 1.320 ~ 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) 複屈折率 : 0.030 ~ 0.070

(3) 熱応力のピーク値 : 0.01 ~ 0.12 g/d

(4) 沸水収縮率 : 3 ~ 20 %

(5) 破断伸度 : 40 ~ 140 %

【請求項6】 巻き付けられている繊維の、下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06~0.20であることを特徴とする、請求項5記載のチーズ状パッケージ。

(4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %

(5) Elongation at break : 40 to 140 %

[Claim2] It is shown with below-mentioned Formula (A), polyester fiber which designates that fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is 0.06 to 0.20 as feature from the static coefficient of friction F between yarn - yarn, and total fineness d(denier) of fiber states in the Claim 1.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[Claim3] It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of below-mentioned (I) to (5), furthermore the polyester fiber which designates that said fiber is wound in cheese package as feature.

(1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070

(3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d

(4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %

(5) Elongation at break : 40 to 140 %

[Claim4] It is shown with below-mentioned Formula (A), polyester fiber which designates that fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is 0.06 to 0.20 as feature from the static coefficient of friction F between yarn - yarn, and total fineness d(denier) of fiber states in the Claim 3.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[Claim5] It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, only satisfaction polyester fiber can wind requisite of below-mentioned (I) to (5), it designates that bulge ratio is 20 % or lower as feature, the cheese package.

(1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070

(3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d

(4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %

(5) Elongation at break : 40 to 140 %

[Claim6] It is shown, with below-mentioned Formula (A) of fiber which is wound, cheese package which designates that fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is 0.06 to 0.20 as feature from static coefficient of friction F between yarn -

ージ。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【請求項 7】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、50～170℃で熱処理を行った後、0.02～0.20 g/dの巻取張力にて2000～4000 m/分の速度で巻き取ることとを特徴とする、ポリエステル繊維の製造方法。

【請求項 8】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変えた後、該繊維に対して0.2～3重量%となるように油剤を付与し、その後50～170℃で熱処理を行った後、0.02～0.20 g/dの巻取張力にて2000～4000 m/分の速度で巻き取ることとを特徴とする、ポリエステル繊維の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高速での延伸仮撚加工に適したポリトリメチレンテレフタレート繊維及びそのチーズ状パッケージに関する。更に詳しくは、本発明は、工業的に製造可能で、長期間にわたって安定した延伸仮撚加工ができる部分配向ポリトリメチレンテレフタレート繊維およびその繊維を製造する方法に関する。

##### 【0002】

【従来の技術】 テレフタル酸またはテレフタル酸ジメチルに代表されるテレフタル酸の低級アルコールエステルと、トリメチレングリコール（1,3-プロパンジオール）を重縮合させて得られるポリトリメチレンテレフタレート（以下「PTT」と略す）を用いた繊維は、低弾性率（ソフトな風合い）、優れた弾性回復性、易染性といったポリアミドに類似した性質と、耐光性、熱セット性、寸法安定性、低吸水性といったポリエチレンテレフタレート（以下「PET」と略す）繊維に類似した性能を併せ持つ画期的なポリマーであり、その特徴を生かしてBCFカーペット、ブラシ、テニスガット等の繊維としてに應用されている（米国特許第3584108号明細書、米国特許第3681188号明細書、「J. Polymer Science」 Polymer Physics 編、14巻、263～274頁、1976年発行；「Chemical Fibers International」45巻、1995年4月発行、110～111頁；特開平9-3724号公報、特開平8-173244号公報、特開平5-262862号公報）。

yarn, and the total fineness d (denier) of fiber states in Claim 5.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【Claim 7】 Regarding to method which poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from the trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from spinneret quench doing dissolving multifilament, it changes into solid multifilament, after doing the heat treatment with 50 to 170 °C, it designates that with winding tension of 0.02 to 0.20 g/dit retracts with velocity of 2000 to 4000 m/min as feature, manufacturing method of the polyester fiber.

【Claim 8】 In method which poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit the melt spinning is done regarding, extrusion it is from spinneret quench doing dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, in order to become 0.2 to 3 wt% vis-a-vis the said fiber, it grants oil, after that after doing the heat treatment with 50 to 170 °C, it designates that with winding tension of 0.02 to 0.20 g/dit retracts with velocity of 2000 to 4000 m/min as feature, manufacturing method of the polyester fiber.

#### 【Description of the Invention】

##### 【0001】

【Technological Field of Invention】 This invention regards poly trimethylene terephthalate fiber and its cheese package which are suited for the drawing false-twisting with high speed. Furthermore as for details, as for this invention, in industrially with the producible, it regards portion orientation poly trimethylene terephthalate fiber which can do drawing false-twisting which is stabilized over long period and method which produces its fiber.

##### 【0002】

【Prior Art】 Is represented in terephthalic acid or dimethyl terephthalate lower alcohol ester of terephthalic acid which, condensation polymerization doing trimethylene glycol (1,3-propanediol), fiber which uses poly trimethylene terephthalate (Below "PTT" with you abbreviate.) which is acquired low elastic modulus (soft texture), is epoch-making polymer which has performance which resembles to polyethylene terephthalate (Below "PET" with you abbreviate.) fiber such as property and light resistance, heat set property, the dimensional stability and low moisture absorption which resemble to polyamide such as elastic recovery and the ease of dyeing which are superior, it utilizes feature and to as the BCF carpet, brush and tennis gut or other fiber it is applied, (U.S. Patent No. 3584108 specification, U.S. Patent No. 3681188 specification and "J. Polymer (0032-3861, POLMAG) Science" Polymer Physics compilation, Vol.14, 263 to 274 page and 1976 issue; "Chemical Fibers international" Vol.45, 1995 April issue and 110 to 111 page; Japan Unexamined Patent Publication Hei 9-3724 disclosure, Japan Unexamined Patent Publication Hei 8-173244 disclosure and Japan Unexamined Patent Publication Hei 5-

【0003】特にPTT繊維を用いた仮撚加工系は、従来のPETやポリブチレンテレフタレート（以下「PBT」と略す）を用いた仮撚加工系に比べ、非常にソフトで良好な弾性回復性、およびその持続性を有していることが知られている（特開平9-78373号公報、特開平11-093026号公報）。しかしながら、これらに開示されているのは延伸系を用いたPTT繊維の仮撚加工に関してであり、生産性の高い高速での延伸仮撚加工を行うことはできない。また、延伸系を得るためには、紡糸、延伸といった2段階の工程が必要となるため、生産性を上げることが困難であり、繊維製造コストは高くなってしまふ。

【0004】仮撚加工を行う場合には、PETと同様に、PTTの部分配向繊維を用いて延伸仮撚加工を行うことも考えられる。現在、PETでは、生産性の高さなどの理由から、この延伸仮撚加工が主流となっている。延伸仮撚加工を行うPTTの部分配向繊維に関する先行技術はわずかに、「Chemical Fibers International」47巻、1997年2月発行、72～74頁があるのみである。ここではゴデットロールを用いず、或いは冷たいゴデットロールを介した後、3～6000m/分で巻き取る方法が記載されている。PTTにて部分配向繊維に相当する繊維を製造する方法については上記の他に、延伸系用の未延伸糸として特表平9-509225号公報に2000～5000m/分で巻き取られた糸が、また特開昭58-104216号公報に2000m/分以上で溶融紡糸した、複屈折率が0.035以上の糸が示されている。

【0005】しかしながら、本発明者らの検討によると、上記文献や公開公報に示されているPTTの部分配向繊維は、糸管上で糸が大きく収縮して糸管を締め付けるために、通常工業生産している糸量を巻取ると糸管が変形し、チーズ状パッケージを巻取機のスピンデルより取り外すことができなくなる。このような状況では、たとえ強度の大きい糸管を使って糸管の変形を抑えたとしても、バルジと呼ばれるパッケージ側面が膨れる現象が見られたり、チーズの内層で糸が強く締まったりする。このため糸を解舒する時の張力が高くなると共に、張力変動も大きくなり、延伸仮撚加工時に毛羽、糸切れが多発したり、倦縮むらや染色むらが発生したりする。

【0006】上記のように繊維が収縮する理由としては次の2つが考えられる。

① PETと異なり、PTTはジグザグ状の分子構造をしますのでガラス転移点（以下「T<sub>g</sub>」と略す）が30～50℃と低く、延伸糸のように結晶化していないと、構造が固定され

262862 disclosure).

[0003] Especially, as for false-twist yarn which uses PTT fiber, it is known that the very it has possessed satisfactory elastic recovery, and its retention with the software in comparison with false-twist yarn which uses conventional PET and polybutylene terephthalate (Below "PBT" with you abbreviate.), (Japan Unexamined Patent Publication Hei 9-78373 disclosure and Japan Unexamined Patent Publication Hei 11-093026 disclosure). But, fact that it is disclosed in these is in regard to false-twisting of PTT fiber which uses drawn fiber, it is not possible to do drawing false-twisting with high speed where productivity is high. In addition, in order to obtain drawn fiber, because step of the 2-stage such as yarn-spinning and drawing becomes necessary, it is difficult, to increase productivity, fiber production cost becomes high.

[0004] When false-twisting is done, in same way as PET, it is thought that drawing false-twisting is done making use of portion orientation fiber of the PTT. Presently, with PET, from height or other reason of productivity, this drawing false-twisting has become mainstream prior art regarding portion orientation fiber of PTT which does drawing false-twisting is barely, "Chemical Fibers international" Vol. 47, only is 1997 February issue and a 72 to 74 page. Here godet roll is not used, or is through cool godet roll after, the method which is retracted with 3 to 6000 m/min has been stated. In above-mentioned other things, yarn which in Japanese Publication of International Patent Application 9-509225 disclosure is retracted with 2000 to 5000 m/min as unstretched fiber for drawn fiber, in addition in the Japan Unexamined Patent Publication Showa 58-104216 disclosure melt spinning did with 2000 m/min or higher concerning method which produces fiber which is suitable to portion orientation fiber with PTT, birefringence ratio is shown yarn of 0.035 or greater.

[0005] But, according to examination of these inventors, yarn contracting largely on yarn bobbin, when in order to tighten yarn bobbin, amount of yarn which usually industrial manufacturing has been done is retracted yarn bobbin deforms above-mentioned literature and portion orientation fiber of the PTT which is shown in Unexamined Patent Publication, it becomes impossible to remove the cheese package from spindle of winder. With this kind of status, using yarn bobbin where strength is large even if, assuming, that you held down deformation of yarn bobbin, you can see phenomenon where package side face which is called bulge swells, the yarn tightens hard with inner layer of cheese. Because of this when unwinding doing yarn, as tension becomes high, also tension variation becomes large, feather and yarn break occur frequently at time of drawing false-twisting, it shrinks, and others and the dyeing unevenness occurs.

[0006] As description above you can think following two as reason which fiber contracts.

Unlike circle-1. PET, because PTT has done molecular structure of zigzag shape, the glass transition temperature (Below "T<sub>g</sub>" with you abbreviate.) 30 to 50 °C to be low, like drawn fiber unless

ずに室温でも分子が運動して収縮してしまうからである。

② 弾性回復率が高いために巻取った際の応力が緩和されずに残るためである。

また本発明者らの検討によると、室温付近で保管した場合、PET部分配向繊維の物性がほとんど変化しないのと異なり、上記文献や公報に開示されているPTT部分配向繊維では沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が経時変化してしまう。このため工業的に延伸仮撚加工を行うこと、即ち長期間にわたって同一条件で同じ品質の仮撚加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して生産することができない。

【0007】繊維の構造を固定する技術としては特公昭63-42007号公報に、PETとPTT又は／およびPBTをブレンドしたポリマーを溶融吐出し、冷却固化した後、加熱ローラにより熱処理し、次いで3500m/分以上の速度で巻取り、切断伸度（破断伸度）60%以下、沸水収縮率7%以下の繊維を製造する方法が示されている。この公報の中には、比較例としてPTTホモポリマー及びPETが10重量%ブレンドされたPTT共重合ポリマーを上記と同様の方法にて180℃に加熱し、4000m/分で巻取った破断伸度33%、沸水収縮率4%程度の繊維も示されている。このように、ここではローラで加熱する方式の高速紡糸と、それによって得られるPTT繊維が記載されている。しかしながら、該公報の目的は、得られる繊維をそのまま衣料用の繊維として使用し、この際にシボ立て性を改善するために結晶化を進めて収縮を抑制する技術である。

【0008】本発明者らの検討によると、180℃以上といった高温で熱処理するとバルジの発生や巻崩れが激しくなってしまう。また高温で熱処理し、破断伸度が60%以下といった延伸糸と同様な物性の繊維であるため延伸仮撚加工を行うことはできない。ポリアミド系の部分配向繊維に関しては、特開昭50-71921号公報に加熱ローラで熱処理を行い巻崩れの無いパッケージを得る技術が示されている。しかし、ポリアミドの部分配向繊維は結晶化していないと糸が吸湿などにより伸びて巻き崩れが発生してしまう。該公報で示されているのは、この巻崩れを解消する技術である。

【0009】また、特開昭51-47114号公報に、高速紡糸した糸を緊張状態にて加熱ローラで熱処理して結晶化させて、繊維の破断伸度を下げ、仮撚加工性を向上させる技術も示されている。該公報で示されているのは、繊維の破断伸

crystallization it has done, construction without being locked molecule motion doing even with room temperature, because it contracts.

Case where it retracts because circle-2. elastic recovery ratio is high is because the stress without being eased it remains.

In addition according to examination of these inventors, when it keeps with room temperature vicinity, property of PET portion orientation fiber does not change for most part, with above-mentioned literature and PTT part distribution direction fiber which is disclosed in disclosure peak value or other property of boiling water shrink ratio and thermal stress change over time does unlike. Because of this drawing false-twisting is done in industrially, namely over long period, without occurrence of feather and yarn break stabilizing false-twist yarn of the same quality with identical condition it is not possible to produce.

[0007] In Japan Examined Patent Publication Sho 63-42007 disclosure, PET and PTT and/or PBT melt spinning it does polymer which blended as technology which locks structure of fiber, the heat treatment it does cooling and solidification after doing, with heated roll, method which next produces fiber of winding, elongation at break (elongation at break) 60% or lower and boiling water shrink ratio 7% or lower with the velocity of 3500 m/min or higher is shown. In this disclosure, PTT homopolymer and PET heat PTT copolymer which 10 weight % blend is done to 180 °C with method which is similar to description above as Comparative Example, also fiber of elongation at break 33 % and boiling water shrink ratio 4 % which are retracted with 4000 m/min is shown. This way, PTT fiber which is acquired here with high speed yarn-spinning of system which is heated with roll and, that is stated. But, advancing crystallization in order object of said disclosure uses fiber which is acquired to improve emboss raising characteristic in this case that way as fiber of clothing, it is a technology which controls contraction.

[0008] According to examination of these inventors, when heat treatment it does with the high temperature such as 180 °C or higher occurrence and volume deterioration of the bulge become extreme. In addition heat treatment it does with high temperature, because it is a fiber of the property which is similar to drawn fiber elongation at break such as 60 % or lower it is not possible to do drawing false-twisting. In regard to portion orientation fiber of polyamide, in Japan Unexamined Patent Publication Showa 50-71921 disclosure the heat treatment is done with heated roll and technology which obtains package which does not have volume deterioration is shown. But, portion orientation fiber of polyamide unless crystallization it has done, yarn winds and with absorbed moisture etc extending deterioration occurs. Fact that it is shown with said disclosure is technology which cancels this volume deterioration.

[0009] In addition, in Japan Unexamined Patent Publication Showa 51-47114 disclosure, with tensioned state heat treatment doing yarn which high speed spinning is done with heated roll, crystallization doing it lowers elongation at break of fiber, also

度を下げて伸縮性能を高める技術である。従って両公報とも、巻締まりやバルジの抑制や物性の経時変化の抑制とは全く違った目的のための技術である。従来、ポリエステル系の繊維はポリアミド系の繊維と異なり、加熱結晶化させ構造を固定すると、結晶が分子の運動を阻害してしまい、延伸仮撚加工はできないと考えられている。このため上記の公開公報に示されている、部分配向繊維を熱処理するといった技術は、ポリエステル系の繊維では行われていない。このように巻締まりやバルジが発生せず、長期間安定して延伸仮撚加工のできるPTT繊維について記載している先行技術は全くない。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らの検討の結果、従来技術による部分配向PTT繊維及びその製造においては以下の問題があることが分かった。

(A) 巻糸が収縮して、糸管を締め付け、チーズ状パッケージを巻取り機のスピンドルより取り外すことができなくなったり、バルジが発生したりする。このため、工業的に製造されているPET並みの糸量のチーズ状パッケージを巻き取るができない。

(B) PTTは室温付近で保管していても沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が変化してしまうため、工業的に延伸仮撚加工を行うこと、すなわち長期間にわたって同一条件で同じ品質の仮撚加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して生産することができない。

【0011】本発明の目的は、工業的に製造可能で且つ長期間にわたって安定した延伸仮撚加工ができる部分配向PTT繊維およびその製造方法を提供するものである。本発明の目的を達成するために解決すべき課題は、上記(A)問題に対応して工業的な製造を可能とするために、巻締まりおよびバルジの発生を抑制し、上記(B)問題に対応して工業的な延伸仮撚加工を可能とするために、室温で物性が経時変化しない部分配向PTT繊維とすることである。

## 【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意研究した結果、驚くべきことに、特定の条件にて繊維を熱処理して結晶化させ、極低張力にて巻取る特殊な紡糸法を用いて製造した、特定の範囲内の配向性、結晶性の繊維では、PTT部分配向繊維を製造する際に大きな問題となる巻締まりやバルジの発生を回避することができることを見出した。また、この繊維は、更に驚くことに、PETとは異なり、本発明の範囲内の配向性、結晶性であれば、熱処理して結晶化させても、延

technology which improves has been shown twist processability. Fact that it is shown with said disclosure, lowering elongation at break of the fiber, is technology which raises shrinkage performance. Therefore also both disclosures, control of tightening and bulge and control of change over time of property are technology for object which is different completely. Until recently, fiber of polyester thermal crystallization doing unlike the fiber of polyamide, when it locks structure, crystal obstructs the motion of molecule, drawing false-twisting is thought that it is not possible. Because of this it is shown in above-mentioned Unexamined Patent Publication, technology that is not done with fiber of polyester heat treatment does portion orientation fiber. This way completely there is not a prior art which has been stated concerning PTT fiber where tightening and bulge do not occur, the long term stability do and can do drawing false-twisting.

## [0010]

[Problems to be Solved by the Invention] Result of examination of these inventors, it understood that it is problem below regarding portion orientation PTT fiber and its producing with the Prior Art.

(A) yarn volume contracting, yarn bobbin is tightened, it becomes impossible to remove cheese package from spindle of winding machine, the bulge occurs. Because of this, it is not possible to retract cheese package of amount of yarn like PET which is produced in industrially.

(B) PTT having kept with room temperature vicinity, because peak value or other property of boiling water shrink ratio and thermal stress changes, does drawing false-twisting in industrially, namely over the long period, without occurrence of feather and yarn break stabilizing the false-twist yarn of same quality with identical condition it is not possible to produce.

[0011] As for object of this invention, in industrially it is a portion orientation PTT fiber which can do drawing false-twisting which is stabilized over and long period with producible and something which offers its manufacturing method. In order problem to be solved, corresponding to above-mentioned (A) problem, in order to make industrial production possible, controls occurrence of tightening and bulge in order to achieve object of this invention, corresponds to above-mentioned (B) problem and to make industrial drawing false-twisting possible, the property is to make portion orientation PTT fiber which change over time is not done with room temperature.

## [0012]

[Means to Solve the Problems] Result of diligent research, in surprising fact, heat treatment doing fiber with the specific condition, crystallization doing, it produced these inventors making use of the special spinning method which it retracts with extremely low tension, orientation in specific range, with crystalline fiber, when producing PTT part distribution direction fiber, fact that occurrence of tightening and bulge which become big problem can be evaded was discovered. In addition, if this fiber, furthermore in



伸仮加工が可能であり、且つ優れた品位の仮加工糸を得ることができることを見出した。しかも、本発明の繊維は、結晶化により繊維の構造が固定されているために、物性が経時変化しにくく、長期間にわたって同一条件で同じ品位の仮加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して得ることができることを見出し、本発明を完成した。

【0013】即ち、本発明は：

(A) ポリエステル繊維

① 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)～(5)の要件を満足するポリエステル繊維を提供する。また、

- (1) 密度 : 1.320～1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) 複屈折率 : 0.030～0.070  
 (3) 熱応力のピーク値 : 0.01～0.12 g/d  
 (4) 沸水収縮率 : 3～20%  
 (5) 破断伸度 : 40～140%

② ①において、下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06～0.20である点に特徴を有する。また、

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

③ ①において、更に該繊維がチーズ状パッケージに巻かれているポリエステル繊維を提供する。また、

④ ③において、下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06～0.20である点に特徴を有する。また、

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【0014】(B) チーズ状パッケージ

① 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)～(5)の要件を満足し且つポリエステル繊維が巻き付けられ、バルジ率が20%以下である、チーズ状パッケージを提供する。また、

being surprised, orientation inside range of this invention, it is a crystallinity unlike PET, heat treatment doing crystallization doing, drawing false-twisting was possible, and fact that false-twist yarn of quality which is superior can be acquired was discovered. Furthermore, as for fiber of this invention, you discovered fact that because structure of fiber is locked by crystallization, property is difficult to do change over time, over long period, without occurrence of the feather and yarn break stabilizing false-twist yarn of same quality with the identical condition can acquire, completed this invention.

[0013] Namely, as for this invention:

(A) polyester fiber

It consists of poly trimethylene terephthalate where .circle-1. 90 mol e% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, it offers polyester fiber which satisfies requisite of below-mentioned (I) to (5). In addition,

- (1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070  
 (3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d  
 (4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20%  
 (5) Elongation at break : 40 to 140%

In .circle-2. .circle-1., it is shown with below-mentioned Formula (A), from the static coefficient of friction F between yarn - yarn and total fineness d(denier) of fiber it possesses feature in point where fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is the 0.06 to 0.20. In addition,

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

In .circle-3. .circle-1., furthermore polyester fiber where said fiber is wound in the cheese package is offered. In addition,

In .circle-4. .circle-3., it is shown with below-mentioned Formula (A), from the static coefficient of friction F between yarn - yarn and total fineness d(denier) of fiber it possesses feature in point where fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is the 0.06 to 0.20. In addition,

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[0014] (B) Cheese package

It consists of poly trimethylene terephthalate where .circle-1. 90 mol e% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, only satisfaction polyester fiber can wind requisite of below-mentioned (I) to (5), bulge ratio is 20% or lower, cheese package is offered. In addition,



- (1) 密度 : 1.320 ~ 1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) 複屈折率 : 0.030 ~ 0.070  
 (3) 熱応力のピーク値 : 0.01 ~ 0.12 g/d  
 (4) 沸水収縮率 : 3 ~ 20 %  
 (5) 破断伸度 : 40 ~ 140 %

② ①において、巻き付けられている繊維の、下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06 ~ 0.20である点に特徴を有する。また、

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[0015] (C) ポリエステル繊維の製造方法

① 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、50 ~ 170°Cで熱処理を行った後、0.02 ~ 0.20 g/dの巻取張力にて2000 ~ 4000 m/分の速度で巻き取る、ポリエステル繊維の製造方法を提供する。また、

② 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変えた後、該繊維に対して0.2 ~ 3重量%となるように油剤を付与し、その後50 ~ 170°Cで熱処理を行った後、0.02 ~ 0.20 g/dの巻取張力にて2000 ~ 4000 m/分の速度で巻き取る、ポリエステル繊維の製造方法を提供する。

[0016] 以下、本発明を詳細に説明する。

(1) ポリマー原料等

(i) 本発明に用いるポリマーは、90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートである。ここでPTTとは、テレフタル酸を酸成分としトリメチレングリコール(1,3-プロパンジオールともいう)をジオール成分としたポリエステルである。該PTTには10モル%以下で他の共重合成分を含有してもよい。そのような共重合成分としては、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、5-カリウムスルホイソフタル酸、4-ナトリウムスルホ-2,6-ナフタレンジカルボン酸、3,5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸テトラメチルホスホニウム塩、3,5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、3,5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸トリブチルメチルホスホニウム塩、2,6-ジカルボン酸ナフタレン-4-スルホン酸テトラブチルホスホニウム塩

- (1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070  
 (3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d  
 (4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %  
 (5) Elongation at break : 40 to 140 %

In circle-2, circle-1., it is shown, with below-mentioned Formula (A) of fiber which is wound, from static coefficient of friction F between yarn - yarn and total fineness d(denier) of the fiber it possesses feature in point where fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is 0.06 to 0.20. In addition,

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[0015] (C) Manufacturing method of polyester fiber

Regarding to method which poly trimethylene terephthalate where circle-1. 90 mole% or greater is formed from the trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from spinneret quenching dissolving multifilament, it changes into solid multifilament, after doing the heat treatment with 50 to 170 °C, with winding tension of 0.02 to 0.20 g/d it retracts with the velocity of 2000 to 4000 m/min, manufacturing method of polyester fiber is offered. In addition,

Regarding to method which poly trimethylene terephthalate where circle-2. 90 mole% or greater is formed from the trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from spinneret quenching dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, in order to become 0.2 to 3 wt% vis-a-vis said fiber, it grants oil, after that after doing heat treatment with 50 to 170 °C, with winding tension of the 0.02 to 0.20 g/d it retracts with velocity of 2000 to 4000 m/min, manufacturing method of polyester fiber is offered.

[0016] Below, this invention is explained in detail.

Such as (1) polymer starting material

(I) Polymer which is used for this invention is poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit. It is a polyester which PTT, designates terephthalic acid as acid component here and designates trimethylene glycol (Even 1,3 - propanediol you call) as diol component. It is possible to said PTT to contain other copolymer component with 10 mole % or less. As that kind of copolymer component, sodium 5-sulfoisophthalic acid, 5 - potassium sulfo isophthalic acid and 4 - sodium sulfo - 2,6 - naphthalenedicarboxylic acid, the 3,5-di carboxylic acid benzenesulfonic acid tetramethyl phosphonium salt, 3,5-di carboxylic acid benzenesulfonic acid tetra butyl phosphonium salt, 3,5-di carboxylic acid benzenesulfonic acid tributyl methyl phosphonium salt, 2,6-di carboxylic acid naphthalene - 4 - sulfonic

、2, 6-ジカルボン酸ナフタレン-4-スルホン酸テトラメチルホスホニウム塩、3, 5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸アンモニウム塩、

[0017] 1, 2-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 5-ペンタメチレングリコール、1, 6-ヘキサメチレングリコール、ヘプタメチレングリコール、オクタメチレングリコール、デカメチレングリコール、ドデカメチレングリコール、1, 4-シクロヘキサジオール、1, 3-シクロヘキサジオール、1, 2-シクロヘキサジオール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、1, 3-シクロヘキサジメタノール、1, 2-シクロヘキサジメタノール、

[0018] シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ヘプタン二酸、オクタン二酸、セバシン酸、ドデカン二酸、2-メチルグルタル酸、2-メチルアジピン酸、フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、1, 4-シクロヘキサジカルボン酸、1, 3-シクロヘキサジカルボン酸、1, 2-シクロヘキサジカルボン酸等のエステル形成性モノマーが挙げられる。

(ii) また、必要に応じて、各種の添加剤、例えば、艶消し剤、熱安定剤、消泡剤、整色剤、難燃剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、結晶核剤、蛍光増白剤などを共重合、または混合してもよい。

[0019] (iii) 本発明に用いるポリマーの極限粘度 $[\eta]$ は0.5~1.4が好ましく、更に好ましくは0.7~1.2である。この範囲で強度、紡糸性に優れた繊維を得ることができる。極限粘度が0.5未満の場合は、ポリマーの分子量が低すぎるため紡糸時や加工時の糸切れや毛羽が発生しやすくなるとともに、仮燃加工系に要求される強度の発現が困難となる。逆に、極限粘度が1.4を越える場合は、熔融粘度が高すぎるために紡糸時にメルトフラクチャーや紡糸不良が生じるので好ましくない。

[0020] (iv) 本発明に用いるポリマーの製法としては、公知の方法をそのまま用いることができる。即ち、テレフタル酸又はテレフタル酸ジメチルとトリメチレングリコールを原料とし、チタンテトラブトキシド、チタンテトライソプロポキシド、酢酸カルシウム、酢酸マグネシウム、酢酸亜鉛、酢酸コバルト、酢酸マンガン、二酸化チタンと二酸化ケイ素の混合物といった金属塩の1種あるいは2種以上をポリマーに対して0.03~0.1wt%となるように加え、常圧下あるいは加圧下でエステル交換率90~98%でビスヒドロキシプロピルテレフタレートを得、次に、チタンテトライソプロポキシド、チタンテトラブトキシド、三酸化アンチモン、酢酸アンチモンといった触媒の1種あるいは2種以上をポリマーに対して0.02~0.15wt%、好ましくは0.03~0.1wt%となるように添加し、250~270℃で減圧下反応させる。

[0021] (v) 重合の任意の段階で、好ましくは重合反応の前に安定剤を入れることが白度の向上、熔融安定性の向

acid tetra butyl phosphonium salt, 2,6-di carboxylic acid naphthalene-4-sulfonic acid tetramethyl phosphonium salt and 3, 5-di carboxylic acid benzenesulfonic acid ammonium salt,

[0017] 1,2-butanediol, 1,3-butanediol, 1,4-butanediol, neopentyl glycol, 1,5-pentamethylene glycol, 1,6-hexamethylene glycol, heptamethylene glycol, octamethylene glycol, decamethylene glycol, dodecamethylene glycol, 1,4-cyclohexanediol, 1,3-cyclohexanediol, 1,2-cyclohexanediol, 1,4-cyclohexane dimethanol, 1,3-cyclohexane dimethanol and 1,2-cyclohexane dimethanol,

[0018] You can list oxalic acid, malonic acid, succinic acid, glutaric acid, adipic acid, the heptanedioic acid, octane diacid, sebacic acid, dodecanedioic acid, 2-methyl glutaric acid, 2-methyl adipic acid, the fumaric acid, maleic acid, itaconic acid, 1,4-cyclohexane dicarboxylic acid, 1,3-cyclohexane dicarboxylic acid and 1,2-cyclohexane dicarboxylic acid or other esterified monomer.

(ii) And, according to need and various additive, or it is possible to copolymerize mix for example matting agent, heat stabilizer, foam inhibitor, bluing agent, the fire retardant, antioxidant, ultraviolet absorber, infrared absorber, crystal nucleation agent and fluorescent whitener etc.

[0019] (iii) Intrinsic viscosity $[\eta]$  of polymer which is used for this invention 0.5 to 1.4 is undesirable, furthermore it is preferably 0.7 to 1.2. fiber which in this range is superior in strength and spinning property can be acquired. When intrinsic viscosity is under 0.5, because molecular weight of polymer is too low, as at time of yarn-spinning and yarn break when processing and the feather become easy to occur, revelation of strength which is required to false-twist yarn becomes difficult. When conversely, intrinsic viscosity exceeds 1.4, because the melt viscosity is too high melt fracture and yarn-spinning defect occur at time of the yarn-spinning it is not desirable.

[0020] known method can be used that way as production method of polymer which is used for (iv) this invention. Namely, terephthalic acid or dimethyl terephthalate and trimethylene glycol starting material to do, titanium tetra butoxide, titanium tetra isopropoxide, calcium acetate, magnesium acetate, zinc acetate, cobalt acetate, In order to become 0.03 to 0.1 wt%, one, two kinds or more of metal salt such as mixture of manganese acetate, titanium dioxide and silicon dioxide vis-a-vis polymer to under the ambient pressure or under pressurizing you obtain bis hydroxy propyl terephthalate with ester exchange ratio 90 to 98 % in addition, in order next, to become 0.02 to 0.15 wt% and preferably 0.03 to 0.1 wt% one, two kinds or more of catalyst such as titanium tetra isopropoxide, titanium tetra butoxide, antimony trioxide and antimony acetate vis-a-vis polymer, you add, under vacuum react with 250 to 270 °C.

[0021] With step of option of (v) polymerization, it is undesirable with viewpoint where molecular weight such as improvement of

上、PTTオリゴマーやアクロレイン、アリルアルコールといった分子量が300以下の有機物の生成を制御できる観点で好ましい。この場合の安定剤としては、5価または／および3価のリン化合物やヒンダードフェノール系化合物が好ましい。5価または／および3価のリン化合物としては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリメチルホスファイト、トリエチルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリフェニルホスファイト、リン酸、亜リン酸等が挙げられ、特に、トリメチルホスファイトが好ましい。

【0022】ヒンダードフェノール系化合物とは、フェノール系水酸基の隣接位置に立体障害を有する置換基を持つフェノール系誘導体であり、分子内に1個以上のエステル結合を有する化合物である。具体的には、ペンタエリスリトール-テトラキス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、1,1,3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ブタン、1,3,5-トリメチル-2,4,6-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼン、3,9-ビス[2-[3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオニルオキシ]-1,1-ジメチルエチル]-2,4,8,10-テトラオキサスピロ[5,5]undecane、1,3,5-トリス(4-tert-ブチル-3-ヒドロキシ-2,6-ジメチルベンゼン)イソフタル酸、トリエチルグリコール-ビス[3-(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、1,6-ヘキサンジオール-ビス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、2,2-チオ-ジエチレン-ビス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、オクタデシル-3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートを例示する。中でもペンタエリスリトール-テトラキス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]が好ましい。

#### 【0023】(2) ポリエステル繊維

① 本発明のポリエステル繊維としては、下記(1)～(5)の要件を満足する必要がある。

- (1) 密度 : 1.320～1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) 複屈折率 : 0.030～0.070  
 (3) 熱応力のピーク値 : 0.01～0.12 g/d  
 (4) 沸水収縮率 : 3～20%  
 (5) 破断伸度 : 40～140%

・本発明の課題の1つである繊維の巻締まりを解消するためには、糸管上で糸が大きく収縮しないように、繊維が結晶化して分子が固定され、かつ分子が過度に配向して緊張した状態になっていないことが重要である。

thewhiteness, improvement, PTT oligomer and acrolein and allyl alcohol of melt stability that stabilizer is inserted before preferably condensation polymerization, can control formation of organic substance of 300 or below. As stabilizer in this case, phosphorus compound and hindered phenol compound of pentavalent and/or trivalent are desirable. As phosphorus compound of pentavalent and/or trivalent, you can list trimethyl phosphate, triethyl phosphate, the tributyl phosphate, triphenyl phosphate, trimethyl phosphite, triethyl phosphite, tributyl phosphite, triphenyl phosphite, the phosphoric acid and phosphorous acid etc, especially, trimethyl phosphite is desirable.

[0022] Hindered phenol compound is phenol type derivative which has substituent which possesses geometric constraint in vicinal position of phenol type hydroxy group, it is a compound which possesses ester bond of the one or more in intramolecular. Concretely, pentaerythritol - tetrakis [3 - (3,5-di - tert butyl - 4 - hydroxyphenyl ) propionate ], 1,1,3 - tris (2 - methyl - 4 - hydroxy - 5 - t-butyl phenyl ) butane, 1,3,5 - trimethyl - 2,4,6 - tris (3,5-di - t-butyl - 4 - hydroxy benzyl ) benzene, 3,9 - bis { 2 - [3 - (3 - t-butyl - 4 - hydroxy - 5 - methylphenyl ) propanoyl oxy ] - 1,1-di methylethyl } - 2,4,8,10 - tetra oxa spiro [5,5] undecane, 1,3,5 - tris (4 - t-butyl - 3 - hydroxy - 2,6-di methylbenzene ) isophthalic acid, the triethyl glycol - bis [3 - (3 - t-butyl - 5 - methyl - 4 - hydroxyphenyl ) propionate ], 1,6 - hexanediol - bis [3 - (3,5-di - t-butyl - 4 - hydroxyphenyl ) propionate ], 2,2 - thio - diethylene - bis [3 - (3,5-di - tert butyl - 4 - hydroxyphenyl ) propionate ], it can illustrate octadecyl - 3 - (3,5-di - t-butyl - 4 - hydroxyphenyl ) propionate ]. pentaerythritol - tetrakis [3 - (3,5-di - tert butyl - 4 - hydroxyphenyl ) propionate ] is desirable even among them

#### [0023] (2) polyester fiber

As polyester fiber of circle-1. this invention, it is necessary to satisfy requisite of the below-mentioned (1) to (5).

- (1) density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>  
 (2) birefringence ratio : 0.030 to 0.070  
 Peak value : 0.01 to 0.12 g/d of (3) thermal stress  
 (4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20%  
 (5) Elongation at break : 40 to 140%

In order to cancel tightening of fiber which is a one of the problem of \* this invention, in order for yarn not to contract largely on the yarn bobbin, fiber doing crystallization molecule is locked, at same time molecule does orientation excessively and it is important not

・また、本発明の他の課題である、長期間にわたって同一条件で同じ品質の仮撚加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して生産することを可能とするには、破断伸度が一定の範囲内であるとともに、破断伸度、熱応力のピーク値、沸水収縮率などが経時変化しにくいことが重要である。このためには繊維が適度に結晶化することにより分子が固定されていることと、分子が過度に配向して緊張した状態になっていないことが必要である。従ってこれらの課題を全て達成するためには、ある特定の範囲内の結晶性、配向性をもつ特殊な構造とする必要がある。

【0024】・結晶性の指標としては、一般的に知られているように、繊維の密度測定が適している。非晶部に比べ結晶部の密度が大きいので、密度が大きいほど結晶化していると言える。配向性の指標としては、繊維の複屈折率が適している。

・また、巻締まりや延伸仮撚加工性、経時変化に大きく関与する、分子の配向状態、緊張状態、固定状態を表すことのできる値としては、熱応力のピーク値、沸水収縮率及び破断伸度が適している。従って、繊維の密度、複屈折率、熱応力のピーク値、沸水収縮率および破断伸度が前記の範囲を満足することで、はじめて巻締まりやバルジの発生がなく工業的に製造可能で、物性の経時変化がないので長期間にわたって安定した延伸仮撚加工ができる部分配向PTT繊維となる。

#### 【0025】(i) 密度 (1)

密度は $1.320 \sim 1.340 \text{ g/cm}^3$ である必要がある。密度が $1.340 \text{ g/cm}^3$ を越えると巻崩れが発生してしまう。理由ははっきり分らないが、繊維の結晶性が高くなることによって繊維自体や繊維の表面が硬くなるために、糸と糸を接触させたときの面積が小さくなり、糸-糸間の静摩擦係数が下がるからではないかと考えられる。また、延伸仮撚加工の際に毛羽や糸切れが発生しやすくなり、工業的に安定して延伸仮撚加工を行うことができなくなってしまう。一方、密度が $1.320 \text{ g/cm}^3$ 未満では結晶化が十分進んでいないために繊維が固定されておらず、繊維が収縮して巻締まりが発生してしまったり、繊維の物性が経時変化してしまい長期間にわたって同一条件にて同じ品位の仮撚加工糸を得ることができなかつたりする。密度は好ましくは $1.322 \sim 1.336 \text{ g/cm}^3$ 、更に好ましくは $1.326 \sim 1.334 \text{ g/cm}^3$ である。

【0026】(ii) 複屈折率 (2) と熱応力のピーク値 (3) との関係

to become state which tension is done.

It is another problem of \* and this invention, over long period, with out occurrence of feather and yarn break stabilizing false-twist yarn of the same quality with identical condition to make that it produces possible, the elongation at break is inside fixed range and also, peak value and boiling water shrink ratio etc of the elongation at break and thermal stress change over time it is difficult doing are important. For this thing and molecule where molecule is locked fiber moderately by crystallization doing orientation excessively, it is necessary not to become state which tension is done. Therefore in order all to achieve these problem, crystallinity inside a certain specific range, it is necessary to make special structure which has the orientation.

[0024] As \* crystalline index, in order to be known generally, density measurement of the fiber is suitable. Because density of crystalline part is large in comparison with noncrystalline part, when density is large, you can say that crystallization it has done. As index of orientation, birefringence ratio of fiber is suitable.

It participates in \* and tightening and drawing twist processability and change over time largely, oriented state of molecule, peak value of thermal stress, boiling water shrink ratio and the elongation at break are suitable as value which can display tensioned state and the fixed state. Therefore, because density of fiber, peak value of birefringence ratio and the thermal stress, by fact that boiling water shrink ratio and elongation at break satisfy aforementioned range, for first time there is not occurrence of the tightening and bulge and with producible, there is not a change over time of the property in industrially it becomes portion orientation PTT fiber which can do drawing false-twisting which is stabilized over long period.

#### [0025] (I) Density (1)

As for density it is necessary to be a  $1.320$  to  $1.340 \text{ g/cm}^3$ . When density exceeds  $1.340 \text{ g/cm}^3$ , volume deterioration occurs. As for reason you do not understand clearly. Because surface of fiber itself and fiber becomes hard due to the fact that crystallinity of fiber rises, when contacting, surface area to become small, because static coefficient of friction between yarn - yarn goes down, that you can think of yarn and yarn whether is not. In addition, feather and yarn break become easy to occur case of the drawing false-twisting, stabilize in industrially and it becomes impossible to do the drawing false-twisting. On one hand, density under  $1.320 \text{ g/cm}^3$  crystallization fully fiber is not locked because it is not advanced, fiber contracts and the tightening occurs, property of fiber does and change over time cannot acquire the false-twist yarn of same quality with identical condition over long period. density preferably  $1.322$  to  $1.336 \text{ g/cm}^3$ , furthermore is preferably  $1.326$  to  $1.334 \text{ g/cm}^3$ .

[0026] (ii) Relationship with birefringence ratio (2) and peak value (3) of thermal stress

本発明においては、繊維の広角X線回折像に結晶由来の回折像が観察されることが好ましい。以下、広角X線回折像について図面を用いて詳述する。

・イメージングプレートX線回折装置を用いて、X線を繊維に対して垂直方向より照射した時の代表的な例として、図1-(イ)に結晶に由来する回折像が観察される場合の繊維の回折像を、図1-(ロ)に結晶に由来する回折像が観察されない場合の繊維の回折像を示す。図面の中で矢印方向が繊維軸方向を、矢印と直行する方向が繊維の赤道方向を示す。ここでX線はCuK $\alpha$ 線を用いている。PTTが三斜晶形に属した結晶形をとることが知られており(Polym. Prepr. Jpn., Vol. 26, p427(1997))、このため図1-(イ)に示されるように数多くの結晶に由来する回折像が観察される。

【0027】・本発明においては、図1-(イ)に示したように、赤道方向の $2\theta = 15.5^\circ$ 付近に観察される(010)面に由来する回折像が観察されたかどうかで判定を行った。一方、図1-(ロ)では非晶に由来するリング状のハローが観察されるだけで、図1-(イ)のような結晶に由来するピークは観察されない。広角X線回折にて結晶に由来する回折像が観察されることで、繊維が明らかに結晶化し、構造が固定されていることが分かる。結晶に由来する回折像が観察されない場合は繊維は結晶化していない。従って分子が固定されていないために、繊維が収縮して巻締まりが発生したり、繊維の物性が経時変化してしまい長期間にわたって同一条件にて延伸仮撚加工ができなかったりする。

【0028】・繊維の複屈折率は0.030~0.070、熱応力のピーク値は0.01~0.12 g/d、である必要がある。繊維の複屈折率が0.070を越えるか、あるいは熱応力のピーク値が0.12 g/dを越えると繊維の収縮する力が強く、巻き取った後に大きく収縮し、巻締まりが発生してしまう。繊維の複屈折率が0.07未満か、あるいは熱応力のピーク値が0.01未満では、配向性が低くかつ結晶化していないために室温で保存していても沸水収縮率などの物性が経時変化してしまう。また経時変化を抑制するために熱処理して結晶化させると繊維が脆くなってしまう。従って、どちらの場合も延伸仮撚加工を工業的に行うことはできない。繊維の複屈折率は好ましくは0.035~0.065であり、更に好ましくは0.040~0.060である。また熱応力のピーク値は好ましくは0.015~0.10であり、更に好ましくは0.02~0.08である。

#### 【0029】(iii) 沸水収縮率(4)

繊維の沸水収縮率は3~20%である必要がある。沸水収縮率が20%を越える場合は、結晶化が進んでいないため構造が固定されず、室温で保存していても沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が変化してしまい、長期間にわたって同一条件で同じ品質の仮撚加工系を毛羽、糸切れの発生なく安

Regarding to this invention, it is desirable for diffraction image of crystal derivation to be observed to wide angle x-ray diffraction image of fiber. Below, concerning wide angle x-ray diffraction image you detail making use of the drawing.

Making use of \* imaging plate X-ray diffractometer, when X-ray irradiating from perpendicular direction vis-a-vis fiber, diffraction image of fiber when diffraction image which in the Figure 1 - (J2) derives in crystal as representative example, is observed, diffraction image of the fiber when diffraction image which in figure - (jp2) derives in the crystal is not observed is shown. arrow direction fiber axis direction, arrow direction which goes straight the equatorial direction of fiber is shown in drawing. X-ray has used CuK line here. It is known and that crystal shape where PTT belongs to triclinic crystal shape is taken (Polymer Preprints, Japan, Vol. 26, p427(1997)), because of this as shown in Figure 1 - (J2), diffraction image which derives many in crystal is observed.

[0027] Regarding to \* this invention, as shown in Figure 1 - (jp1), whether or not the diffraction image which derives in (010) plane which is observed to  $2\theta = 15.5^\circ$  vicinity of the equatorial direction was observed with it decided. halo of ring which on one hand, with Figure 1 - (jp2) derives in the amorphous is not observed just is observed, as for peak which derives in crystal like Figure 1 - (jp1). By fact that diffraction image which with wide angle x-ray diffraction derives in crystal is observed, fiber does crystallization clearly, it understands that the construction is locked. When diffraction image which derives in crystal is not observed, fiber has not done crystallization. Therefore because molecule is not locked, fiber contracting, the tightening occurs, property of fiber does and change over time drawing false-twisting is not possible with identical condition over long period.

[0028] As for birefringence ratio of \* fiber as for peak value of 0.030 to 0.070 and the thermal stress 0.01 to 0.12 g/d, it is necessary to be. When birefringence ratio of fiber exceeds 0.070, or or peak value of the thermal stress exceeds 0.12 g/d, after power which fiber contracts is strong, retracting it contracts largely, tightening occurs. birefringence ratio of fiber under 0.07, or peak value of thermal stress does under 0.01, orientation to be low and because crystallization it has not done retaining with room temperature, boiling water shrink ratio or other property change over time. In addition heat treatment doing in order to control change over time, when the crystallization it does, fiber becomes brittle. Therefore, in case of which it is not possible to do drawing false-twisting in the industrially. birefringence ratio of fiber is preferably 0.035 to 0.065, furthermore is preferably 0.040 to 0.060. In addition peak value of thermal stress is preferably 0.015 to 0.10, furthermore is the preferably 0.02 to 0.08.

#### [0029] (Iii) Boiling water shrink ratio (4)

As for boiling water shrink ratio of fiber it is necessary to be a 3 to 20%. When boiling water shrink ratio exceeds 20%, because crystallization is not advanced, the structure is not locked, retains with room temperature and peak value or other property of the boiling water shrink ratio and thermal stress changes, over long

定して生産することができなくなる。また3%未満では、繊維がもろくなり毛羽、糸切れが多発するために延伸仮撚加工時ができない。

#### 【0030】 (iv) 破断伸度(5)

破断伸度は40～140%であることが必要である。破断伸度が40%未満では伸度が低すぎるために、延伸仮撚加工ができなくなる。破断伸度が140%を超える場合は、繊維の配向度が低すぎかつ結晶化が進んでいないために、非常に経時変化しやすいか、あるいは配向度が低すぎかつ結晶化が進んでいるために、非常に脆くなってしまうために工業的に延伸仮撚加工を行うことができない。破断伸度の好ましい範囲は50～120%であり、更に好ましくは60～100%である。

#### 【0031】 ② ポリエステル繊維の繊度補正静摩擦係数G

本発明では、下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した値を繊度補正静摩擦係数Gと称する。本発明の繊維はこのGの値が0.06～0.20であることが望ましい。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

糸-糸間の静摩擦係数は糸と糸の接触面積に比例するため繊度に依存して変化する。従って、式(A)のGの値が特定の範囲であることが望ましい。Gが0.06未満では糸-糸間の静摩擦係数が低すぎるために、糸管上に巻き取った繊維が滑り、バルジの発生や巻崩れが発生してしまうことがある。[バルジとは、図2-(口)に示すように巻締まりによってパッケージ糸の収縮による締め付け力が強く働いた時に起こるチーズ状パッケージ(100)の膨らみのある端面(102a)のことである。]

一方、Gが0.2を超える場合は糸-糸間の静摩擦係数が高すぎるため、糸を解舒する際や延伸仮撚加工を行う際に毛羽や糸切れ多発してしまう。Gの好ましい範囲は0.1～0.16であり、更に好ましくは0.12～0.14である。糸-糸間の静摩擦を変化させる要因としては、繊維の結晶性、配向性、油剤の種類および付着量、水分の含有量があげられる。これらを本発明の範囲内で調整することで、上記の好ましい糸-糸間の静摩擦係数とすることができる。

#### 【0032】 ③ ポリエステル繊維のその他の物性等

##### (i) 強度

本発明のポリエステル繊維の強度は、1.5 g/d以上であることが好ましい。1.5 g/d未満では強度が低いために

period, without occurrence of the feather and yarn break stabilizing false-twist yarn of same quality with the identical condition it becomes impossible to produce. In addition under 3 %, fiber becomes brittle and at time of drawing false-twisting cannot make because feather and yarn break occur frequently.

#### [0030] (iv) elongation at break (5)

As for elongation at break it is necessary to be a 40 to 140 %. elongation at break under 40 % becomes not be able to designate drawing false-twisting as because elongation is too low. When elongation at break exceeds 140 %, degree of orientation of fiber to be too low and because crystallization is not advanced, very change over time it is easy to do, degree of orientation to be too low and because crystallization is advanced, it is not possible because it becomes very brittle to do drawing false-twisting in the industrially. Range where elongation at break is desirable is 50 to 120 %, furthermore it is preferably 60 to 100 %.

#### [0031] Fineness correction static coefficient of friction G of .circle-2. polyester fiber

With this invention, it is shown with below-mentioned Formula (A), value which was calculated is named fineness correction static coefficient of friction G from static coefficient of friction F between the yarn - yarn and total fineness d(denier) of fiber. As for fiber of this invention it is desirable for value of this G to be 0.06 to 0.20.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

Static coefficient of friction between yarn - yarn changes because it is proportionate to the contact area of yarn and yarn, depending on fineness. Therefore, it is desirable for value of G of Formula (A) to be specific range. G under 0.06 because static coefficient of friction between yarn - yarn is too low, fiber which is retracted on yarn bobbin are times when occurrence and volume deterioration of slip and bulge occur. (The bulge, as shown in Figure 2 - (jp2), when clamping force due to the contraction of package yarn with tightening worked strongly, is endface (102a) which has swelling of cheese package (100) which happens. ]

On one hand, when G exceeds 0.2, because static coefficient of friction between yarn - yarn is too high, when unwinding doing yarn and the feather and yarn break it occurs frequently occasion where drawing false-twisting is done. Range where G is desirable is 0.1 to 0.16, furthermore it is preferably 0.12 to 0.14. crystallinity of fiber, it can increase content of types and the deposited amount and water of orientation and finish static friction between the yarn - yarn as factor which changes. By fact that these are adjusted inside range of this invention, it can make static coefficient of friction between yarn - yarn whose description above is desirable.

#### [0032] Such as other property of .circle-3. polyester fiber

##### (I) Intensity

As for strength of polyester fiber of this invention, it is desirable to be at 1.5 g/d or greater. When under 1.5 g/d because strength is low,



、糸を解舒する際や延伸仮撚加工を行う際に毛羽や糸切れ多発してしまう。好ましくは、 $1.8 \text{ g/d}$ 以上、更に好ましくは $2 \text{ g/d}$ 以上である。

## (ii) U%

本発明のポリエステル繊維のU%は2%以下であることが好ましい。U%が2%を越えると延伸仮撚加工時に延伸ムラや倦縮ムラ、染め斑が発生しやすくなり満足できる品質の仮撚加工糸を得ることができなくなる。U%は好ましくは1.5%以下、より好ましくは1.2%以下である。U%は低ければ低いほど繊維が均一であることを示しており好ましい。

【0033】(iii) 本発明のポリエステル繊維は、マルチフィラメントが好ましい。総繊度は限定はされないが、通常5~400d、好ましくは、10~300d、単糸繊度は限定はされないが0.1~20d、好ましくは0.5~10d、更に好ましくは1~5dである。繊維の断面形状は丸、三角、その他の多角形、扁平、L型、W型、十字型、井型、ドッグボーン型等、制限はなく、中実繊維であっても中空繊維であってもよい。

## 【0034】(3) チーズ状パッケージ

本発明のポリエステル繊維はチーズ状パッケージに巻かれていることが好ましい。近年の仮撚加工工程の近代化・合理化に追随するには、パッケージのラージ化、即ち大量巻きの可能なチーズ状パッケージで巻かれていることが好ましい。またチーズ状パッケージとすることで、延伸仮撚加工時に糸を解舒する際、解舒張力の変動が小さくなり、安定した加工が可能となる。

## 【0035】(i) バルジ率

本発明の繊維が巻かれたチーズ状パッケージはバルジ率が20%以下であることが好ましい。図2-(イ)は糸が望ましい形状に巻かれたチーズ状パッケージ(100)を示し、糸が糸管等の巻芯(103)上に平らな端面(102)を形成した円筒状糸層(104)に巻かれている。バルジは図2-(ロ)に示すように巻締まりによってパッケージ糸の収縮による締め付け力が強く働いた時に起こるチーズ状パッケージ(100)の膨らみのある端面(102a)である。バルジ率は図2-(イ)または図2-(ロ)に示す最内層の巻幅Q及び、最も膨らんでいる部分の巻幅Rを測定して、下記式(B)を用いて算出した値である。

$$\text{バルジ率} = [(R - Q) / Q] \times 100\% \dots (B)$$

バルジ率は巻締まりの程度を示すパラメーターとなる。チーズ状パッケージのバルジ率が20%を超えるものは巻締まりが大きく、巻取機のスピンドルからはずれなくなる場合が多

unwinding doing the yarn and feather and yarn break it occurs frequently occasion where drawing false-twisting is done. preferably and  $1.8 \text{ g/d}$  or greater, furthermore it is a preferably  $2 \text{ g/d}$  or greater.

## (ii) U%

As for U% of polyester fiber of this invention it is desirable to be a2 % or lower. When U% exceeds 2 %, drawing unevenness and shrinkage unevenness, dye splotch to occur to become easy cannot acquire false-twist yarn of the quality which it can be satisfied at time of drawing false-twisting and becomes. U% is preferably 1.5 % or lower and more preferably 1.2 % or lower. U% if it is low, has shown fact that it is an extent fiber or a uniform which is low and is desirable.

[0033] (iii) As for polyester fiber of this invention, multifilament is desirable. As for total fineness as for limitation it is not done. as for 5 to 400d, preferably, 10 to 300d and single fiber fineness as for limitation it is not done usually, but 0.1 to 20d and preferably 0.5 to 10d, furthermore it is a preferably 1 to 5 d. As for cross section shape of fiber circle, triangle and other polygonal shape, there is not, restriction such as flat, L type, W type, cross shape, square and dogbone shape, it is a center-filled fiber also and it is possible to be a hollow fiber.

## [0034] (3) cheese package

As for polyester fiber of this invention it is desirable to be wound in the cheese package. It follows to modernization \* streamlining of false-twisting step of recent years, it is desirable to be wound with possible cheese package of large conversion namely large scale winding of package. In addition when by fact that it makes cheese package, unwinding doing the yarn at time of drawing false-twisting, fluctuation of unwinding tension becomes small, processing which is stabilized becomes possible.

## [0035] (I) Bulge ratio

As for cheese package where fiber of this invention is wound it is desirable for bulge ratio to be 20 % or lower. Figure 2 - (jp1) shows cheese package (100) which is wound in shape where yarn is desirable is wound in cylinder thread layer (104) where yarn formed planar endface (102) on the yarn bobbin or other winding core (103). bulge as shown in Figure 2 - (jp2), when clamping force due to contraction of package yarn with tightening worked strongly, is endface (102a) which has the swelling of cheese package (100) which happens. bulge ratio coil width Q of innermost layer which is shown in Figure 2 - (jp1) or the Figure 2 - (jp2) and, most measuring coil width R of portion which has expanded, it is a value which it calculated making use of below-mentioned Formula (B) .

$$\text{Bulge ratio} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\% \dots (B)$$

Bulge ratio becomes parameter which shows extent of tightening. Those where bulge ratio of cheese package exceeds 20 % tightening are large, yarn break, feather and dye splotch etc due to mottling



い他、解舒強力の斑による糸切れ、毛羽、染色斑等が起こりやすい。好ましくはバルジ率は15%以下であり、更に好ましくは10%以下である。もちろん0%が最も好ましい。

#### 【0036】(ii)糸管

工業的に製造する上では紡糸の際に糸管を交換する頻度を減らすことが作業効率の向上、コストダウンの観点より極めて重要である。また、延伸仮燃工程においては、チーズ状パッケージを使用した後、次のチーズ状パッケージにつなぎ込んで使用するが、このつなぎ込みの頻度を減らすことも作業効率の向上、コストダウンの観点から極めて重要である。従って、該チーズ状パッケージには2kg以上の本発明の繊維が巻かれていることが好ましく、更に好ましくは3kg以上、一層好ましくは5kg以上である。2kg未満では糸管交換の頻度やつなぎ込みの頻度が高過ぎ、工業的に製造するのは困難となってしまう。

【0037】本発明に用いる糸管はフェノール樹脂などの樹脂、金属、紙のいずれでもできていても良い。紙の場合は5mm以上の厚みであることが好ましい。糸管のサイズとしては直径が50～250mmであることが好ましく、より好ましくは80～150mmである。また糸管上の繊維の巻幅は40～300mmであることが好ましく、より好ましくは60～200mmである。この範囲内の糸管、巻幅とすることで、巻姿が良好で、かつ解舒性の良好なチーズ状パッケージを得ることが容易になる。

#### 【0038】(4) ポリエステル繊維の製造方法

次に、本発明のポリエステル繊維およびチーズ状パッケージを得る方法を例示する。本発明のポリエステル繊維は、基本的に、紡口より押出した熔融マルチフィラメントを紡口直下に設けた30～200℃の雰囲気温度に保持した長さ2～80cmの保温領域を通過させた後、この熔融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、仕上げ剤を付与し、50～170℃で熱処理を行った後、0.02～0.2g/dの巻取強力にて2000～4000m/分の速度で巻き取ることにより得られる。

【0039】以下に本発明のPTT繊維の好ましい製造方法を図3及び図4を用いて詳述する。

1) まず、乾燥機1で100ppm以下の水分率まで乾燥されたPTTペレットを250～290℃の紡糸温度に設定された押出機2に供給し熔融する。熔融PTTは押出機2の後の250～290℃に設定されたスピンヘッド4に送液され、ギヤポンプで計量される。その後紡口パック5に装着された複数の孔を有する紡糸口金6を経て熔融マルチフィラメントとして紡糸チャンバーA内に押出される。押出機2に供給するPTTペレットの水分率は、ポリマーの重合度低下を抑制するという観点から50ppm以下が好ましく、更に好ましく

besidesand unwinding tension whose when it stops coming off from spindle of the winder is many are easy to happen. preferably bulge ratio is 15 % or lower, furthermore is preferably 10 % or lower. 0 % is most desirable of course.

#### [0036] (Ii) Yarn bobbin

When producing in industrially, quite it is more important than viewpoint of improvement and cost reduction of operating efficiency to decrease frequency which exchanges yarn bobbin to case of yarn-spinning. In addition, after using cheese package regarding drawing false twist step, it connects to the following cheese package and it is packed and uses, but also quite it is important from viewpoint of improvement and cost reduction of operating efficiency to decrease frequency of this connection being packed. Therefore, it is desirable in said cheese package for fiber of this invention of the 2 kg or greater to be wound, furthermore preferably 3 kg or greater and it is preferably 5 kg or greater more. Under 2 kg frequency of yarn bobbin exchange and frequency of the connection being packed to be too high, it becomes difficult to produce in industrially.

[0037] Yarn bobbin which is used for this invention is good being possible with whichever of phenolic resin or other resin, metal and paper. In case of paper it is desirable to be a thickness of 5 mm or greater. It is desirable for diameter to be 50 to 250 mm as size of the yarn bobbin it is a more preferably 80 to 150 mm. In addition as for coil width of fiber on yarn bobbin it is desirable to be a 40 to 300 mm, it is a more preferably 60 to 200 mm. yarn bobbin inside this range, by fact that it makes coil width, the fluff being satisfactory, it becomes easy at same time to obtain the satisfactory cheese package of unwinding behavior.

#### [0038] (4) Manufacturing method of polyester fiber

Next, polyester fiber of this invention and method which obtains cheese package are illustrated. polyester fiber of this invention, in basic, extrusion is after passing, the quench doing this dissolving multifilament, changes temperature-holding region of length 2 to 80 cm which is kept in atmospheric temperature of 30 to 200 °C which provides dissolving multifilament in spinneret directly below into solid multifilament from spinneret, grants finishing agent, after doing heat treatment with 50 to 170 °C, is acquired by with winding tension of the 0.02 to 0.2 g/d retracting with rate of 2000 to 4000 m/min.

[0039] Manufacturing method where PTT fiber of this invention is desirable below is detailed making use of Figure 3 and Figure 4.

1) it supplies PTT pellet which first, with dryer 1 is dried to water content of 100 ppm or less to extruder 2 which is set to spinning temperature of the 250 to 290 °C and melts. dissolving PTT liquid transport is done in spin head 4 which is set to 250 to 290 °C after extruder, weighing is done with gear pump. after that passing by spinneret 6 which possesses hole of the multiple which is mounted in spinneret pack 5 extrusion it is done inside the yarn-spinning chamber A as dissolving multifilament. As for water content of PTT pellet which is supplied to extruder, the 50 ppm or less is desirable

は30ppm以下である。押出機およびスピンヘッドの紡糸温度はPTTペレットの極限粘度や形状によって上記範囲内より最適なものを選ぶ必要があるが、250～290℃、好ましくは255～280℃の範囲である。紡糸温度が250℃未満では、糸切れや毛羽が多発したり、糸径むらが発生したりしてしまう。また、紡糸温度が290℃を越えると熱分解が激しくなり、得られた糸は着色し、また満足し得る強度を示さなくなる。

【0040】2) 紡糸チャンバーA内に押出された熔融マルチフィラメントは冷却風9によって室温まで冷却されて固体マルチフィラメント8に変えられる。この際、紡口直下に設けた30～200℃の雰囲気温度に保持した長さ2～80cmの保温領域7を通過させて急激な冷却を抑制した後、この熔融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメント8に変えて続く熱処理工程に供することが好ましい。この保温領域7を通過させることで固化むらを抑制し、高い巻取速度あるいは第一ロール速度まで固化むら(太さむらや配向度むら)無く固体マルチフィラメントに変えることができる。保温領域の温度が30℃未満では急冷となり、固体マルチフィラメントの固化むらが大きくなる。また、200℃以上では糸切れが起こりやすくなる。このような保温領域の温度は40～180℃が好ましく、更に好ましくは50～150℃である。また、この保温領域の長さは5～30cmが更に好ましい。

【0041】3) 次に、固体マルチフィラメントは熱処理を受けるが、熱処理を受ける前に、仕上げ剤付与装置10によって仕上げ剤を付与されることが好ましい。仕上げ剤を付与することにより、繊維の集束性、制電性、滑り性などが良好となり延伸時、巻取時や後加工時に毛羽や糸切れが発生することを抑制したり、巻き取ったパッケージのフォームを良好に保つことができる。ここで仕上げ剤とは乳化剤を用いて油剤を乳化した水エマルジョン液、油剤を溶剤に溶かした溶液、あるいは油剤そのものであり、繊維の集束性、制電性、滑り性など向上させるものである。付与される仕上げ剤としてはこれらのいずれでもよい。ここで油剤とは、脂肪酸エステル及び/又は鉱物油を10～80重量%含むか、または分子量1000～20000のポリエーテルを50～98重量%含む混合物が好ましく、必要に応じて成分を選択することが好ましい。

【0042】4) 油剤は水エマルジョンに希釈した場合が好ましい。この場合、油剤が仕上げ剤に対して1～30重量%含まれていることが好ましく、2～10重量%であることが更に好ましく、3～7重量%であることが特に好ましい。油剤が上記割合の水エマルジョンに希釈されていることにより、繊維に均一に付着しやすくなるとともに巻姿を良好にす

from viewpoint that, controls degree of polymerization decrease of the polymer, furthermore it is a preferably 30 ppm or less. As for spinning temperature of extruder and spin head it is necessary to choose optimum ones from inside above-mentioned range depending upon intrinsic viscosity and shape of PTT pellet, but it is a range of 250 to 290 °C and the preferably 255 to 280 °C. spinning temperature occurs frequently under 250 °C, yarn break and feather, yarn diameter unevenness occurs. In addition, when spinning temperature exceeds 290 °C, thermal decomposition becomes extreme, colors yarn which is acquired, stops showing the strength which in addition it can be satisfied.

[0040] 2) dissolving multifilament which extrusion is done being cooled to room temperature by cooling air 9, is changed into solid multifilament 8 inside yarn-spinning chamber A. In this case, passing temperature-holding region 7 of length 2 to 80 cm which is kept in the atmospheric temperature of 30 to 200 °C which is provided in spinneret directly below, after controlling sudden cooling, quench doing this dissolving multifilament, changing into the solid multifilament 8, it is desirable to offer to heat treatment step which continues. You control solidification unevenness by fact that this temperature-holding region 7 is passed, you can change into solid multifilament solidification unevenness (thickness unevenness and degree of orientation unevenness) without to high windup speed or first roll rate. temperature of temperature-holding region under 30 °C becomes quench, solidification unevenness of solid multifilament becomes large. In addition, with 200 °C or higher yarn break becomes easy to happen. temperature of this kind of temperature-holding region 40 to 180 °C is desirable, furthermore it is a preferably 50 to 150 °C. In addition, length of this temperature-holding region 5 to 30 cm furthermore is undesirable.

[0041] 3) next, solid multifilament receives heat treatment, but before receiving the heat treatment, finishing agent it is desirable with finishing agent applicator 10 to be granted. bundling property of fiber, antistatic and slipperiness etc becomes satisfactory by granting finishing agent, they are possible to maintain the form of package which at time of drawing, at time of the winding and controls fact that feather and yarn break occur at the time of postprocessing, retracts satisfactorily. Here it is a solution or a oil itself which melted aqueous emulsion liquid and the oil which emulsify oil finishing agent making use of emulsifier in the solvent bundling property of fiber, antistatic and slipperiness etc it is something which improves. As finishing agent which is granted it is good with whichever of these. oil, fatty acid ester and/or mineral oil 10 to 80 weight % is included here, or or mixture which the polyether of molecular weight 1000 to 20000 50 to 98 weight % is included is desirable, it is undesirable to select according to need component.

[0042] 4) as for oil when it dilutes in aqueous emulsion it is undesirable. In this case, oil 1 to 30 wt% being included is desirable vis-a-vis finishing agent, furthermore it is desirable to be a 2 to 10 wt%, <, especially it is desirable to be a 3 to 7 wt%. As in fiber it becomes easy to deposit in uniform, due to the fact that oil is diluted to aqueous emulsion of above-mentioned ratio, it becomes easy to make

ることが容易になる。油剤の割合が1重量%未満では、加熱された第一ロールで揮発する水の量が多すぎるので、揮発熱のために繊維を均一に所定の温度にすることが困難となる。この結果、熱処理むらが起こり、染め斑等が発生してしまう。油剤の割合が30重量%を超えると、仕上げ剤の粘度が高く、しかも一定量の油剤を繊維に付与しようとしたときに仕上げ剤の量が少なくなるため、繊維に均一に油剤を付与することが困難となってしまう。

【0043】5) また、付与する仕上げ剤は、繊維に対して油剤が0.1～3重量%付着するようにするのが好ましく、0.2～2重量%であることが更に好ましい。油剤の付着量が0.1重量%以下では、仕上げ剤を付与する目的である、繊維の集束性、制電性、滑り性などが悪化してしまい、巻取時や、後加工時に毛羽や糸切れが多発してしまう。油剤の付着量が3重量%を超えると、糸-糸間の静摩擦係数が低くなりすぎ、バルジが発生しやすくなってしまったり、繊維がべとついて取扱性が悪化したり、紡糸、巻取りの際に用いるガイド類、ロール類に油剤が付着して汚れてしまい、毛羽や糸切れの原因となってしまう。

【0044】仕上げ剤を付与する方法としては、公知のオイルリングロールを用いる方法や例えば特開昭59-116404号公報などに記載されるガイドノズルを用いる方法を用いることができるが、仕上げ剤付与装置自体の摩擦による糸切れ、毛羽の発生を抑制するためにはガイドノズルを用いる方法が好ましい。仕上げ剤を繊維に付与する位置は、溶融マルチフィラメントが冷却風9によって室温まで冷却されて固体マルチフィラメント8に変えられた直後で最も紡口ロ金6に近い位置が好ましい。繊維は仕上げ剤を付与すると同時に集束されるので、この位置が紡口ロ金6に近いほど空気抵抗を下げる事ができ、糸切れ、毛羽の発生を抑えることができるからである。

【0045】6) また巻取後の繊維には0.5～5重量%の水分が含まれていることが好ましい。この水分は仕上げ剤に含まれる水より繊維に含ませるかあるいは、巻取以前に、油剤を付与するのと同様なガイドノズルを用いる方法などを用いて、油剤とは別に付与してもかまわない。繊維に含まれる水の量は0.7～4重量%が更に好ましく、1～3重量%が特に好ましい。水分量がこの範囲にあることにより、巻取パッケージ端面の綾落ちの発生や、バルジの発生のない良好なフォームのパッケージを得ることが容易となる。

#### 【0046】7) 熱処理ゾーン

次に、固体マルチフィラメント8は繊維を熱処理するゾーン14にて、第一ロール11などで熱処理を受ける。ここで12は自己駆動しないフリーロールである。

・本発明のポリエステル繊維はロール等を用いずに、ヒーターなどで熱処理を行った後に直接巻取機にて巻取っても良い

fluff satisfactory. Because ratio of oil under 1 wt%, quantity of water which volatilization is done is many with first roll which is heated, the fiber it becomes difficult because of volatilization heat in uniform to make the predetermined temperature. As a result, heat treatment unevenness happens, dye splotch etc occurs. When ratio of oil exceeds 30 wt%, when viscosity of finishing agent is high, furthermore trying to grant oil of constant amount to the fiber because quantity of finishing agent decreases, it becomes difficult to grant oil to uniform in fiber.

[0043] 5) and, as for finishing agent which is granted, oil 0.1 to 3 wt % it tries to depositing is desirable vis-a-vis fiber, furthermore it is desirable to be a 0.2 to 2 wt %. deposited amount of oil with 0.1 weight % or less, is objective which grants the finishing agent, bundling property of fiber, antistatic and slipperiness etc deteriorate, at time of winding and, feather and yarn break occur frequently at time of postprocessing. When deposited amount of oil exceeds 3 wt %, static coefficient of friction between the yarn - yarn becomes too low, bulge becomes easy to occur, fiber sticking, oil depositing in guides, and roll where the handling deteriorates, uses case of yarn-spinning and winding it becomes dirty, becomes cause of feather and yarn break.

[0044] Method which uses guide nozzle which is stated in method and the for example Japan Unexamined Patent Publication Showa 59-116404 disclosure etc which use oiling roll of public knowledge as method which grants finishing agent, can be used, but in order to control occurrence of yarn break and feather with friction of finishing agent applicator itself, method which uses guide nozzle is desirable. As for position where finishing agent is granted to fiber, dissolving multifilament being cooled to room temperature by cooling air 9, immediately after being changed into solid multifilament 8, position where it is closest to spinneret 6 is desirable. As for fiber when finishing agent is granted, because converging it is done simultaneously, it to be possible to lower extent air resistance where this position is close to spinneret 6 because it can hold down the occurrence of yarn break and feather.

[0045] 6) and it is desirable in fiber after winding for the water of 0.5 to 5 weight % to be included. That this water from water which is included in finishing agent makes the fiber include, or, before winding, grants oil, granting separately from oil making use of method etc which uses the similar guide nozzle, you are not concerned. Quantity of water which is included in fiber 0.7 to 4 wt % furthermore is desirable, 1 to 3 wt % especially is desirable. It becomes easy to obtain package of satisfactory foam of occurrence of yarn slippage of winding package end face and occurrence of bulge, due to fact that water content is this range.

#### [0046] 7) thermal processing zone

Next, solid multifilament 8 with zone 14 which fiber heat treatment is done, receives heat treatment with such as first roll 11. 12 self is free roll which is not driven here.

As for polyester fiber of \* this invention without using roll etc, after doing the thermal processing with such as heater, it is good

が、好ましくは回転しているロールに一度巻き付けた後に、巻取機で巻取ることが好ましい。ロールと巻取機を速度を調節することで巻取り張力を制御することが容易になるからである。

・繊維の熱処理方法としては、図3の第一ロール11のみを用いる方法の他に、図4-(イ)の第1ロール11又は/及び第2ロール15により加熱する方法、図4-(ロ)の第1ネルソンロール16から第2ネルソンロール17のうちいずれか一つであるいは、複数のロールで加熱する方法、図4-(ハ)の第1ヒーター18又は/及び第2ヒーター19により加熱する方法、図4-(ニ)の第1ヒーター18により加熱する方法などが挙げられる。図4-(ハ)、(ニ)の場合はヒーターでの熱処理に加えてロールで熱処理を行っても良い。

【0047】・加熱に用いるヒーターとしては、接触式のヒーター、非接触式のヒーターいずれを用いてもかまわない。また、加熱気体を用いる方法でも良い。これらのうち、加熱ロールを用いる方法が、上記のロールと巻取機の速度調整と熱処理を同時に行うことができることより最も好ましい。

・本発明において、ロールで加熱するといった場合は、自己駆動しているロールで加熱し、フリーロールでは加熱していないことを示しているが、もちろんフリーロールで加熱を行ってもかまわない。

・熱処理の温度は50～170℃であることが必要である。50℃未満では繊維を十分な結晶化度まで高めることができないために、巻締まりが起きたり、物性が経時変化するため工業的に延伸仮撚加工ができなかったりする。また、170℃を越えると結晶化が進みすぎ、糸-糸間の静摩擦係数が小さくなってバルジ率が大きくなったり、高速での延伸仮撚加工が困難になったりする。好ましくは60～150℃、更に好ましくは80～130℃である。

【0048】・また、熱処理時間は0.001～0.1秒であることが好ましい。ここで言う熱処理時間とは、複数のロールやヒーターで熱処理する場合は、これらの合計時間である。加熱時間が0.001秒未満では熱処理時間が短く十分な結晶化を進めることができないため、巻締まりやバルジが発生しやすく、また経時変化もしやすい。一方、加熱時間が0.1秒を越えると、結晶化が進みすぎ、糸-糸間の静摩擦係数が小さくなりすぎてしまい、得られるチーズ状パッケージはバルジの大きいものになってしまう。

・本発明においては、熱処理温度が高くなっても、熱処理時間が長くなっても、また巻取速度が大きくなっても結晶化度は高くなる。このため熱処理温度、巻取速度に応じた熱処理時間を選ぶことがより好ましい。

【0049】8) 巻取；チーズ状パッケージの形成

retracting directly with the winder, but preferably one time after winding in roll which is turning, it is desirable to retract with winder. Because it becomes easy to control winding tension by fact that the rate of roll and winder is adjusted.

As thermal processing method of \* fiber, method of heating to other than the method which uses only first roll 11 of Figure 3, with 1st roll 11 and/or 2nd roll 15 of the Figure 4- (jp1). From 1st Nelson roll 16 of Figure 4- (jp2) with inside any one of 2nd Nelson roll 17 or, the method of heating with roll of plural. Method of heating with 1st heater 18 and/or second heater 19 of Figure 4- (jp3). You can list method etc which is heated with first heater 18 of the Figure 4- (jp4). In case of Figure 4- (jp3) and (jp4) it is good doing thermal processing with the heater with roll in addition to thermal processing.

[0047] Heater of contact type, making use of noncontacting heater which you are not concerned as heater which is used for \* heating. In addition, it is good even with method which uses heated gas. Among these, method which uses heated roll, it is more desirable than being able to do above-mentioned roll and rate to adjust the winder and heat treatment simultaneously.

Regarding to \* this invention, when it heats with roll, self it heats with roll which has been driven, with free roll it has shown fact that it has not heated, but heating of course you are not concerned, with free roll.

As for temperature of \* heat treatment it is necessary to be a 50 to 170 °C. Under 50 °C because it is not possible to raise fiber to the sufficient degree of crystallization, tightening does not occur, property in order change over time to do cannot designate drawing false-twisting as industrially. In addition, when it exceeds 170 °C, crystallization advances too much, the static coefficient of friction between yarn - yarn becomes small and bulge ratio becomes large, the drawing false-twisting with high speed becomes difficult, preferably 60 to 150 °C, furthermore it is a preferably 80 to 130 °C.

[0048] As for \* and heat treatment time it is desirable to be a 0.001 to 0.1 second. heat treatment time referred to here, when heat treatment it does with roll and the heater of plural, is these total time. heating time under 0.001 second because heat treatment time cannot advance sufficient crystallization shortly, tightening and bulge are easy to occur, in addition the change over time are easy. On one hand, when heating time exceeds 0.1 second, crystallization advances too much, static coefficient of friction between yarn - yarn becomes too small, the cheese package which is acquired becomes something where bulge is large.

Regarding to \* this invention, heat treatment temperature becoming high even when, heat treatment time long becoming even when, in addition windup speed becoming large the degree of crystallization becomes high. Because of this it is more desirable to choose heat treatment time which responds to heat treatment temperature and windup speed.

[0049] 8) winding; formation of cheese package

熱処理を受けたマルチフィラメントは、巻取機 13 を用いて巻取られる。

・巻取速度は 2000~4000 m/分であることが必要である。巻取速度が 2000 m/分未満では、繊維の配向が低いために、熱処理工程にてどのような熱処理をしても本発明の目的である熱応力のピーク値、密度を兼ね備えた部分配向繊維を得ることはできず、繊維が脆くなり、繊維の取扱や延伸仮燃加工が困難となる。また、4000 m/分を越えると、繊維の配向や結晶化が進みすぎ、本発明の目的である熱応力のピーク値、密度を兼ね備えた部分配向繊維を得ることができず、糸管上で繊維が大きく収縮し、巻締まりが発生してしまう。好ましくは、2200~3800 m/分であり、更に好ましくは 2500~3600 m/分である。

【0050】・本発明においては、巻取時の張力が 0.02~0.20 g/d であることが必要である。従来行われてきた PET やナイロンの溶融紡糸でこのように低い張力で巻き取ろうとすると、糸の走行が安定せず、糸が巻取機のトラバースから外れたりして糸切れが発生したり、巻糸を次の糸管に自動で切り替える時に切替ミスが発生したりする。しかしながら、驚くべきことに PTT 繊維では本発明のように極低い張力で巻取ってもこのような問題が発生せず、しかも低い張力とすることで初めて巻締まりなく良好な巻姿のチーズ状パッケージを得ることができる。張力が 0.02 g/d 未満では張力が弱すぎるために巻取機の絞振りガイドでの絞振りが良好にできず、巻フォームが悪くなってしまう、トラバースより糸が外れ、糸切れが起こったりしてしまう。0.20 g/d を越えると、たとえ繊維を熱処理して巻き取ったとしても巻締まりが発生してしまう。巻取るときの張力は好ましくは 0.025~0.15 g/d、更に好ましくは 0.03~0.10 g/d である。

【0051】・第 1 ロールを用いる際の周速度は巻取張力が上記の範囲内になるように、調整することが好ましい。通常巻取速度に対して 0.90~1.1 倍の速度であることが好ましい。第 1 ロールの前か後、あるいはその両方にロールを設置し、補助的な熱処理や変向、張力の制御を行ってもかまわない。この際各ロール間では繊維を 1.3 倍以上伸ばさないことが好ましい。また第 1 ロールの後ろにロールを設置する場合は、このロールの周速度を調整して巻取張力を上記範囲内にすることが好ましい。

・本発明では、紡糸過程で必要に応じて、交絡処理を行ってもよい。交絡処理は、仕上げ剤付与前、熱処理前、巻取前のいずれか、あるいは複数の場所で行ってもよい。

【0052】・本発明に用いる巻取機としては、スピンドル駆動方式、タッチロール駆動方式、スピンドルとタッチロールの双方が駆動している方式のいずれの巻取機でもかまわないが、スピンドルとタッチロールの双方が駆動している方式

Multifilament which receives heat treatment is retracted making use of the winder 13.

As for \* windup speed it is necessary to be a 2000 to 4000 m/min. windup speed under 2000 m/min, because orientation of fiber is low, doing whichever kind of thermal processing with thermal processing step, peak value of thermal stress which is a objective of this invention, cannot obtain portion orientation fiber which holds density, fiber becomes brittle, handling and the drawing false-twisting of fiber become difficult. In addition, when it exceeds 4000 m/min, orientation and crystallization of the fiber advance too much, peak value of thermal stress which is a objective of the this invention, not be able to acquire portion orientation fiber which holds density, fiber contracts largely on yarn bobbin, tightening occurs. It is a preferably and a 2200 to 3800 m/min, furthermore is a preferably 2500 to 3600 m/min.

[0050] Regarding to \* this invention, when retracting, it is necessary for the tension to be 0.02 to 0.20 g/d. With melt spinning of PET and nylon which are done until recently this way when it winds with low tension and makes the taking wax, running of yarn does not stabilize, yarn comes off from traverse of winder and/or yarn break occurs, when the volume yarn changing to following yarn bobbin with automatic, the changeover miss occurs. But, in surprising fact with PTT fiber like this invention extremely retracting with low tension, it can acquire cheese package of satisfactory fluff by fact that it makes tension where this kind of problem does not occur, furthermore is low without tightening for first time. tension under 0.02 g/d tension weakness traversing with traversing guide of winder volume form becomes bad in order to pass with a satisfactory, traverse twist yarn comes off, yarn break happens. When it exceeds 0.20 g/d, heat treatment doing fiber even if, assuming, that it retracted, tightening occurs. When retracting, tension preferably 0.025 to 0.15 g/d, furthermore is the preferably 0.03 to 0.10 g/d.

[0051] Case where \* 1st roll is used as for perimeter velocity in order for the winding tension to be inside above-mentioned range, it is desirable to adjust. It is desirable to be a rate of 0.90 to 1.1 times usually vis-a-vis the windup speed. Before or after 1st roll, or it installs roll in both, does the supplementary thermal processing and being steered and control of tension and is not concerned. In this case between each roll 1.3 times or greater fiber it is desirable not to extend. In addition when roll is installed in rear of 1st roll, adjusting perimeter velocity of this roll, it is desirable to designate the winding tension as inside above-mentioned range.

With \* this invention, it is possible to do according to need and entanglement process with the yarn-spinning process. entanglement process, before finishing agent granting, is good doing with any before the before heat treatment and winding, or site of multiple.

[0052] You are not concerned any winder of system which both parties of the spindle drive system, touch roll driving system, spindle and touch roll have driven as winder which is used for \* this invention. In order for winder of system which both parties of



の巻取機が糸を多量に巻き取るためには好ましい。タッチロールあるいはスピンドルどちらか一方のみが駆動する場合、他方は駆動軸からの摩擦により回転しているため、スピンドルに取り付けられている糸管とタッチロールでは滑りにより表面速度が異なってしまう。このためタッチロールからスピンドルに糸が巻き付けられる際、糸が伸ばされたり、ゆるんだりしてしまい張力が変わって巻姿が悪化してしまったり、糸がこすられてダメージを受けたりしやすい。スピンドルとタッチロールの双方が駆動することによりタッチロールと糸管の表面速度の差を制御することが可能となって滑りを減らすことができ、糸の品質や、巻姿を良好にすることができる。

【0053】・繊維を巻取際の絞角は3.5～8°であることが好ましい。3.5°未満では糸同士があまり交差していないために滑りやすく、絞落ちやバルジの発生が起こりやすい。また8°を越えると糸管の端部に巻かれる糸の量が多くなるために中央部に比べ端部の径が大きくなる。このため巻取っている際は端部のみがタッチロールに接触してしまい糸品質が悪化してしまったり、また巻き取った糸を解舒する際の張力変動が大きくなり、毛羽や糸切れが多発したりしてしまう。絞角は4～7°が更に好ましく、特に好ましいのは5～6.5°である。このようにして、本発明の特定のポリエステル繊維からなるチーズ状パッケージが得られる。

#### 【0054】(5) 延伸仮撚加工

本発明の部分配向PPT繊維は、延伸仮撚加工を行うことにより非常にソフトで良好な弾性回復性、およびその持続性を有した仮撚加工糸とすることができる。延伸仮撚加工の方法としては、一般に用いられているピンタイプ、フリクションタイプ、ニップベルトタイプ、エアー加撚タイプ等いかなる方法でも良いが、本発明の部分配向PPT繊維の特徴を生かすためには、生産性の高い高速での延伸仮撚加工ができるフリクションタイプが好ましい。仮撚加工条件は特に限定されるものではなく、以下に例示する公知の条件範囲より適宜選択して行うことができる。

フリクションタイプでの仮撚加工条件の一例

仮撚速度 : 300～1000m/min

仮撚温度 : 100～200°C

ドロー比(延伸倍率) : 伸度40%となるように調整(通常1.05～2.0倍)

加撚ディスク : セラミック、ウレタン等

ディスク速度/糸速度の比(D/Y比) : 1.7～3

#### 【0055】

【発明の実施形態】以下、実施例を挙げて本発明をより詳細

spindle and touch roll have driven to retract yarn in large amount, it is undesirable. When touch roll or spindle either one only one side it drives, as for the other because it is turning due to friction from drive shaft, with the yarn bobbin and touch roll which are installed in spindle surface rate differs depending upon slip. Because of this occasion where yarn from touch roll it can wind around spindle, yarn to be extended, to become loose and the tension changing and fluff deteriorating, yarn being grubbied, it is easy to receive damage. Becoming possible, to control difference of surface rate of touch roll and yarn bobbin due to fact that both parties of spindle and the touch roll drive it is possible, can make quality and fluff of the yarn satisfactory to decrease slip.

【0053】 Case where \* fiber is retracted as for intersecting angle it is desirable to be a 3.5 to 8°. Under 3.5° slip it is easy because yarn has not crossed excessively, occurrence of yarn slippage and bulge is easy to happen. In addition when it exceeds 8°, diameter of end becomes large because quantity of yarn which is wound in end of the yarn bobbin becomes many in comparison with center. Because of this case where it has retracted only end contacts touch roll and when unwinding doing yarn where yarn quality deteriorates, in addition retracts, tension variation becomes large, feather and yarn break occur frequently. Fact that intersecting angle 4 to 7° furthermore is desirable, especially is desirable is 5 to 6.5°. This way, cheese package which consists of specific polyester fiber of this invention is acquired.

#### 【0054】(5) Drawing false-twisting

Portion orientation PPT fiber of this invention, very makes satisfactory elastic recovery, and false-twist yarn which possesses its sustained with software by doing the drawing false-twisting, it is possible densely. As method of drawing false twisting, it is good any method such as pin type, friction type, nip belt type and air added twist type which are used generally, but in order to utilize the feature of portion orientation PPT fiber of this invention, friction type which can do drawing false-twisting with high speed where productivity is high is desirable. false-twisting condition it is not something which especially is limited, more suitable declaration than range of conditions of public knowledge which is illustrated below selecting, doing it is possible.

One example of false-twisting condition with friction type

False twist rate : 300 to 1000 m/min

False twist temperature : 100 to 200 °C

Way it becomes draw ratio (draw ratio): elongation 40%, adjustment (usual 1.05 to 2.0 times)

Twisted disk : Such as ceramic and urethane

Ratio (D/Y ratio): 1.7 to 3 of disk rate / yarn speed

#### 【0055】

[Embodiment of invention] Below, listing Working Example, you ex

に説明するが、言うまでもなく本発明は実施例などにより何ら限定されるものでない。尚、実施例中の主な測定値は以下の方法で測定した。

#### (1) 極限粘度

極限粘度  $[\eta]$  は、オストワルド粘度計を用い、35℃、o-クロロフェノール中での比粘度  $\eta_{sp}$  と濃度  $C$  (g/100ミリリットル) の比  $\eta_{sp}/C$  を濃度ゼロに外挿し、以下の式 (I) に従って求めた。

$$[\eta] = \lim (\eta_{sp}/C) \cdots (I)$$

$$C \rightarrow 0$$

#### (2) 密度

JIS-L-1013に基づいて、四塩化炭素およびn-ヘプタンにより作成したポリエステル樹脂試料を密度勾配管を用いて密度勾配管法にて測定を行った。

#### [0056] (3) 広角X線回折

理学電機株式会社 (現株式会社リガク) 製イメージングプレートX線回折装置RINT2000を用いて下記の条件にてX線回折像の観察を行い、このX線回折データをコンピュータで処理して得られたデジタルデータをイメージングプレート (1種の写真乾板) 上に二次元の画像としてプリントアウトして、図1に示す画像 (電子デジタル写真) とした。

X線種 : Cu K $\alpha$ 線

カメラ長 : 94.5 mm

測定時間 : 1~5分 (繊維の結晶性に依りて適宜選択)

#### (4) 複屈折率

光学顕微鏡とコンペンセーターを用いて、繊維の表面に観察される偏光のリターデーションから求めた。

#### [0057] (5) 熱応力のピーク値

鐘紡エンジニアリング社製のKE-2を用いた。初過重0.05 g/d、昇温速度100℃/分で測定した。得られたデータは、横軸に温度、縦軸に熱応力をプロットし温度-熱応力曲線を描く。熱応力の最大点の値を熱応力のピーク値とした。

#### (6) 沸水収縮率沸

JIS-L-1013に基づき、かせ収縮率として求めた。

plain this invention in detail, but until you say, this invention is not something which is limited by Working Example etc without. Furthermore it measured main measured value in Working Example with the method below.

#### (1) Intrinsic viscosity

Intrinsic viscosity  $[\eta]$ , extrapolated specific viscosity  $\eta_{sp}$  in 35℃ and o-chlorophenol and the ratio  $\eta_{sp}/C$  of concentration  $C$  (g/100 ml) in concentration zero making use of Ostwald viscometer, followed to Formula (I) below and sought.

$$[\eta] = \lim (\eta_{sp}/C) \cdots (I)$$

$$C \rightarrow 0$$

#### (2) Density

It measured with density gradient tube method polyester resin sample which was drawn up on basis of JIS-L-1013, with carbon tetrachloride and n-heptane making use of density gradient tube.

#### [0056] (3) Wide angle x-ray diffraction

Observing x-ray diffraction image with below-mentioned condition Rigaku Corporation (DB 69-054-9415) KK (Reality KK Rigaku Corp. (DB 69-054-9415)) making use of imaging plate X-ray diffractometer RINT2000, treating this X-ray diffraction data with computer and the print out doing on imaging plate (photograph dry plate of 1 kind) with digital data which it acquires as the image of two dimensions, it made image (electron digital photograph) which it shows in Figure 1.

X-ray kind : Cu K $\alpha$  line

Camera long : 94.5 mm

Measurement time : 1 to 5 amount (According to crystallinity of fiber appropriateness selection)

#### (4) Birefringence ratio

Making use of optical microscope and compensator, it sought from retardation of the polarized light which is observed to surface of fiber.

#### [0057] (5) Peak value of thermal stress

KE-2 of Kanebo Ltd. (DB 69-053-5489) engineering supplied was used. First overweight 0.05 g/d, it measured with heating rate 100℃ per minute. in horizontal axis thermal stress plot it does data which is acquired, in temperature and vertical axis draws temperature-thermal stress curve. Value of maximum point of thermal stress was designated as peak value of the thermal stress.

#### (6) Boiling water shrink ratio 沸

It sought on basis of JIS-L-1013, as bulk shrinkage.



## (7) 強度（繊維破断強度）、破断伸度（繊維破断伸度）

JIS-L-1013に基づいて定速伸長形引張試験機であるオリエンテック（株）社製テンシロンを用いて、つかみ間隔20cm、引張速度20cm/分にて測定した。

## (8) U%

Zellweger Uster（株）社製のUSTER TESTER 3を用いて測定を行った。測定は100m/分の速度にて行い、5分間の平均値を用いた。

## 【0058】(9) 油剤付着量

JIS-L-1013に基づき、繊維をジエチルエーテルで洗浄し、ジエチルエーテルを留去して繊維表面に付着した純油剤量を繊維重量で割って求めた比率を油剤付着量とした。

## (10) 糸-糸間静摩擦係数

約690mの繊維を円筒の周りに、綾角15°で約10gの張力を掛けて巻き付け、更に上述と同じ繊維30.5cmをこの円筒に掛けた。この時、この繊維は円筒の上にあり、円筒の巻き付け方向と平行にする。グラム数で表した荷重の値が円筒上に掛けた繊維の総デニールの0.04倍になる重りを円筒に掛けた繊維の片方の端に結び、他方の端にはストレインゲージを連結させた。次に円筒を0.016mm/秒の周速で回転させ、張力をストレインゲージで測定する。

【0059】こうして測定した張力から糸-糸間静摩擦係数 $f$ を以下の式(2)に従って求めた。

$$f = 1 / \pi \times \ln(T_2 / T_1) \dots (2)$$

ここで、 $T_1$ は繊維に掛けた重りの重さ、 $T_2$ は少なくとも25回測定した時の張力、 $\ln$ は自然対数、 $\pi$ は円周率を示す。

## (11) バルジ率

図2-(イ)または図2-(ロ)に示す糸層(104)の最内層の巻幅 $Q$ 及び、最も膨らんでいる部分の巻幅 $R$ を測定して、以下の式(3)に従って算出した。

$$\text{バルジ率} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\% \dots (3)$$

【0060】（実施例1）テレフタル酸ジメチルと1,3-プロパンジオールを1:2のモル比で仕込み、テレフタル酸ジメチルの0.1重量%に相当するチタンテトラブトキシド

## (7) Strength (fiber break strength) and elongation at break (fiber break elongation)

It measured with grip spacing 20 cm and strain rate 20 cm/min making use of Orientech Corporation (DB 69-607-3550) supplied Tensilon which is a constant draw rate type tensile tester on basis of JIS-L-1013.

## (8) U%

It measured making use of Uster Tester 3 of Zellweger Uster Ltd. supplied. It measured, used mean value of 5 min with rate of 100 m/min.

## [0058] (9) Oil deposited amount

On basis of JIS-L-1013, washing fiber with diethyl ether, removing the diethyl ether and dividing pure amount of finish which deposits in fiber surface with the fiber weight it designated ratio which it sought as oil deposited amount.

## (10) Static coefficient of friction between yarn - yarn

Approximately, in surroundings of cylindrical pipe, applying tension of approximately 10g with intersecting angle 15°, it wound fiber of 690m, furthermore applied same fiber 30.5 cm as description above on this cylindrical pipe. This time, it is on cylindrical pipe, makes this fiber parallel with the wrapping direction of cylindrical pipe. You tied to edge of one side of fiber which applied weight which becomes 0.04-fold of total denier of fiber which value of the load which is displayed with number of grams bet on on cylindrical pipe on the cylindrical pipe connected strain gauge to edge of other cylindrical pipe turning next with perimeter speed of 0.016 mm/sec, it measures the tension with strain gauge.

[0059] In this way, following static coefficient of friction  $f$  between yarn - yarn to Formula (2) below from tension which was measured, it sought.

$$F = 1 / \pi \ln(T_2 / T_1) \dots (2)$$

Here, as for  $T_1$  weight of weight which was applied on the fiber, as for  $T_2$  when 25 time measuring at least, as for the tension and  $\ln$  as for natural logarithm and circumferential ratio is shown.

## (11) Bulge ratio

Coil width  $Q$  of innermost layer of thread layer (104) which is shown in Figure 2 - (jp1) or the Figure 2 - (jp2) and, most measuring coil width  $R$  of portion which has expanded, following to Formula (3) below, it calculated.

$$\text{Bulge ratio} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\% \dots (3)$$

[0060] (Working Example 1) Transesterification it completed with higher temperature 240 °C under ambient pressure dimethyl terephthalate and the 1,3 - propanediol including titanium tetra

を加え、常圧下ヒーター温度  $240^{\circ}\text{C}$  でエステル交換反応を完了させた。次にチタンテトラブトキシドを更に理論ポリマー量の  $0.1$  重量%、二酸化チタンを理論ポリマー量の  $0.5$  重量% 添加し、 $270^{\circ}\text{C}$  で  $3$  時間反応させた。得られたポリマーの極限粘度は  $0.9$  であった。表 1 に示した条件に従って、得られたポリマーを図 3 に示した装置を用いて、定法により乾燥し、水分を  $50 \text{ ppm}$  にした後、 $285^{\circ}\text{C}$  で熔融させ、直径  $0.23 \text{ mm}$  の  $36$  個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押出した。押出された熔融マルチフィラメントは、長さ  $5 \text{ cm}$ 、温度  $100^{\circ}\text{C}$  の保温領域を通過後、風速  $0.4 \text{ m/min}$  の風を当てて急冷し、固体マルチフィラメントに変えた。

【0061】次に、ステアリン酸オクチル  $60$  重量%、ポリオキシエチレンアルキルエーテル  $15$  重量%、リン酸カリウム  $3$  重量% を含んだ油剤を濃度  $5$  重量% の水エマルジョン仕上げ剤として、繊維に対して油剤付着量が  $0.7$  重量% となるように付着させた後、固体マルチフィラメントを  $90^{\circ}\text{C}$  に加熱した、周速度  $3200 \text{ m/min}$  の第一ロールに  $6$  回巻き付けて熱処理を行った後、スピンドルとタッチロールの双方を駆動する方式の巻取機を用いて、巻取速度  $3190 \text{ m/min}$ 、巻取張力  $0.035 \text{ g/d}$ 、絞角  $5^{\circ}$  にて直径  $124 \text{ mm}$ 、厚み  $7 \text{ mm}$  の紙製の糸管に巻幅  $90 \text{ mm}$  にて  $6 \text{ kg}$  巻取って、 $110 \text{ d}/36 \text{ f}$  の部分配高繊維の巻かれたチーズ状パッケージを得た。得られた繊維物性を表 2 に記す。得られた繊維は本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また巻取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

【0062】（実施例 2～7）実施例 1 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で  $110 \text{ d}/36 \text{ f}$  の繊維を得た。得られた繊維物性を表 2 に記す。いずれの繊維も本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また、巻取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。実施例 2 で得た繊維を用いて、帝人製機（株）SDS 1200 仮撚加工機にてセラミック製の加撚ディスクを 4 枚用いて、加工速度  $400 \text{ m/min}$ 、ヒーター温度  $160^{\circ}\text{C}$ 、ディスク速度/糸速度の比（ $D/Y$  比） $2.3$ 、ドロー比（延伸倍率） $1.3$  で延伸仮撚加工を行った。延伸仮撚加工の際に毛羽や糸切れは見られず、また PET 並みの巻縮形態を有し、しかも PTT 特有のソフトさ、弾性回復性を持った優れた仮撚加工糸を得ることができた。また 3 ヶ月後でも物性の経時変化はほとんど見られず、延伸仮撚加工を行ったところ同じ条件で同品質の仮撚加工糸を得ることができた。

【0063】（実施例 8）実施例 1 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で  $50 \text{ d}/24 \text{ f}$  の繊維を得た。得られた繊維

butoxide which is suitable to  $0.1$  weight% of the addition and dimethyl terephthalate with mole ratio of  $1:2$ . titanium tetrabutoxide furthermore  $0.1$  weight% of theory amount of polymer,  $0.5$  weight% of theory amount of polymer added titanium dioxide next,  $3$  hours reacted with  $270^{\circ}\text{C}$ . intrinsic viscosity of polymer which is acquired was  $0.9$ . Following to condition which is shown in Table 1, after it dries the making use of equipment which shows polymer which it acquires in Figure 3, with fixed method, designating water as  $50 \text{ ppm}$ , melting with  $285^{\circ}\text{C}$ , extrusion it is through spinneret of single array which hole of  $36$  of diameter  $0.23 \text{ mm}$  you opened. Dissolving multifilament which extrusion is done, after passing, applying the wind of air speed  $0.4 \text{ m/min}$ , quench did temperature-holding region of length  $5 \text{ cm}$  and the temperature  $100^{\circ}\text{C}$ , changed into solid multifilament.

【0061】To next, stearic acid octyl  $60$  weight%, polyoxyethylene alkyl ether  $15$  weight%, oil which includes potassium phosphate  $3 \text{ wt\%}$  aqueous emulsion finishing agent of concentration  $5$  weight% doing. Way oil deposited amount becomes  $0.7$  weight% vis-a-vis fiber, rear of deposit, solid multifilament was heated to  $90^{\circ}\text{C}$ ,  $6$  time winding in first roll of perimeter velocity  $3200 \text{ m/min}$ , after doing heat treatment, with windup speed  $3190 \text{ m/min}$ , winding tension  $0.035 \text{ g/d}$  and the intersecting angle  $5^{\circ}$  in yarn bobbin of paper of diameter  $124 \text{ mm}$  and thickness  $7 \text{ mm}$   $6 \text{ kg}$  retracting with coil width  $90 \text{ mm}$  making use of winder of system which drives both parties of spindle and touch roll, it acquired cheese package where portion distribution high fiber of  $110 \text{ d}/36 \text{ f}$  is wound. fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. fiber which is acquired was something which is suitable to range of this invention, occurrence of yarn break and feather was not recognized with yarn-spinning process. In addition cheese package which is retracted came out more easily than the spindle of winder, also bulge ratio was satisfactory range.

【0062】（Working Example 2 to 7）Making use of polymer of Working Example 1, fiber of  $110 \text{ d}/36 \text{ f}$  was acquired with condition which is shown in Table 1. fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. It was something where each fiber is suitable to range of this invention, occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process. In addition, cheese package which is retracted came out more easily than spindle of winder, also bulge ratio was satisfactory range. 4 using added twist disc of ceramic with Teijin Ltd. (DB 69-054-0885) make machine Ltd. SDS1200 false twisting machine making use of fiber which is acquired with Working Example 2, the ratio ( $D/Y$  ratio)  $2.3$  of fabrication speed  $400 \text{ m/min}$ , heater temperature  $160^{\circ}\text{C}$  and disc rate/yarn speed, it did drawing false-twisting with draw ratio (draw ratio)  $1.3$ . feather and yarn break were not seen case of drawing false-twisting, in addition possessed shrinkage form like PET, false-twist yarn which furthermore PTT peculiar softness, had elastic recovery and is superior could be acquired. In addition you could not see change over time of property for most part even after 3 months, when drawing false-twisting was done you could acquire the false-twist yarn of same quality with same condition.

【0063】（Working Example 8）Making use of polymer of Working Example 1, fiber of  $50 \text{ d}/24 \text{ f}$  was acquired with condition which is shown

維物性を表2に記す。得られた繊維は本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また巻き取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

【0064】（実施例9～10）テレフタル酸ジメチルと1,3-プロパンジオールを1:2のモル比で仕込み、酢酸カルシウムと酢酸コバルト4水和塩の7:1混合物をテレフタル酸ジメチルに対して0.1重量%加えて、常圧下、ヒーター温度240℃でエステル交換した。次に、テレフタル酸ジメチルに対して0.1重量%のチタンテトラブトキシド、0.05重量%のトリメチルホスフェート、理論ポリマー量の0.05重量%の二酸化チタンを加え、270℃、0.2 torrで3時間反応させた。得られたポリマーの極限粘度は0.7であった。表1に示した条件に従って、得られたポリマーを加熱ゾーンとして図4-(イ)を用いた以外は実施例1と同様にして表1に示した条件で113d/36fの繊維を得た。この際、図4-(イ)の第2ロール15により熱処理を行った。得られた繊維物性を表2に記す。得られた繊維は本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また巻き取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

【0065】（実施例11）5-ナトリウムスルホイソフタル酸を2モル%共重合した以外は実施例9と同様にして得た極限粘度0.7のポリマーを用いて、表1に示した条件で115d/36fの繊維を得た。得られた繊維物性を表2に記す。得られた繊維は本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また巻き取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

【0066】（比較例1）実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で110d/36fの繊維を得た。得られた繊維物性を表2に記す。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、得られた繊維は配高性、結晶性ともに不十分で密度、熱応力のピーク値および伸度が本発明の範囲より外れ、またU%も大きかった。この繊維を用いて実施例2と同様にして延伸倍率加工を行ったが、巻縮率が低く、しかも毛羽が多発するものしか得られなかった。

【0067】（比較例2）実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で110d/36fの繊維を得た。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、巻締まりが発生し、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すことができなかった。1kg程度巻き取って繊維物性を測定したところ

in Table 1. fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. fiber which is acquired was something which is suitable to range of this invention, occurrence of yarn break and feather was not recognized with yarn-spinning process. In addition cheese package which is retracted came out more easily than the spindle of winder, also bulge ratio was satisfactory range.

[0064] (Working Example 9 to 10) 0.1 weight% adding 7:1 mixture of addition, calcium acetate and cobalt acetate 4 hydrate with the mole ratio of 1:2 vis-a-vis dimethyl terephthalate, under ambient pressure, ester exchange it did dimethyl terephthalate and 1,3-propanediol with heater temperature 240 °C. Next, 3 hours it reacted with 270 °C and 0.2 torr titanium tetra butoxide of the 0.1 weight%, trimethyl phosphate of 0.05 weight %, including titanium dioxide of 0.05 weight % of the theory amount of polymer vis-a-vis dimethyl terephthalate. intrinsic viscosity of polymer which is acquired was 0.7. Following to condition which is shown in Table 1, other than using the Figure 4- (J2) with polymer which it acquires as heated zone, it acquired fiber of 113d/36f with condition which it shows in the Table 1 with as similar to Working Example 1. heat treatment was done with 2nd roll 15 of this encountering and Figure 4- (J2). fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. fiber which is acquired was something which is suitable to range of this invention, occurrence of yarn break and feather was not recognized with yarn-spinning process. In addition cheese package which is retracted came out more easily than the spindle of winder, also bulge ratio was satisfactory range.

[0065] (Working Example 11) 2 mole% other than copolymerizing sodium 5-sulfisophthalic acid, fiber of 115d/36f was acquired with condition which is shown in Table 1 making use of the polymer of intrinsic viscosity 0.7 which it acquires in same way as Working Example 9. fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. fiber which is acquired was something which is suitable to range of this invention, occurrence of yarn break and feather was not recognized with yarn-spinning process. In addition cheese package which is retracted came out more easily than the spindle of winder, also bulge ratio was satisfactory range.

[0066] (Comparative Example 1) Making use of polymer of Working Example 1, fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is shown in Table 1. fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but as for fiber which is acquired distribution high characteristic, both crystallinity peak value and elongation of the density and thermal stress range of this invention compared to came off with the insufficient, in addition also U% was large. Making use of this fiber drawing false-twisting was done to similar to Working Example 2, but twist reduction ratio is low, furthermore only those where feather occurs frequently it could acquire.

[0067] (Comparative Example 2) Making use of polymer of Working Example 1, fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but tightening occurred, it was not possible to extract the cheese package from winder. 1 kg

、結晶性のピークは観察されず、密度や沸水収縮率も本発明の範囲より外れていた。この繊維を用いて実施例 2 と同様にして紡糸翌日と紡糸 1 ヶ月後に延伸仮撚加工を行ったが、繊維の物性が変化していたために同じ品質の仮撚加工系を得ることはできなかった。

【0068】(比較例 3) 実施例 1 と同様にして得た極限粘度 0.7 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 110 d / 36 f の繊維を得た。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、巻締まりが発生し、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すことができなかった。1 kg 程度巻取って繊維物性を測定したところ、結晶性のピークは観察されず、密度も本発明の範囲より外れていた。

(比較例 4) 実施例 1 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 110 d / 36 f の繊維を得ようとした。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、巻締まりが発生し、バルジが大きく、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すこともできなかった。1 kg 程度巻取って繊維物性を測定したところ、結晶化が進み過ぎ、密度が本発明の範囲より外れていた。

【0069】(比較例 5) 熱処理温度を 180 °C にした以外は、実施例 1 と同様にして繊維を得ようとした。巻締まりは発生しないものの得られたチーズ状パッケージはバルジが大きく、取り扱いが困難であった。繊維物性を測定したところ、結晶化が進み過ぎ、密度および糸-糸間の静摩擦係数が本発明の範囲より外れていた。またこの繊維を用いて実施例 2 と同様にして延伸仮撚加工を行ったが PET 並みの巻縮形態を有した仮撚加工系を得ることはできなかった。

(比較例 6) 実施例 1 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 110 d / 36 f の繊維を得た。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、油剤付着率が大きいため、得られたチーズ状パッケージはバルジが大きく、取り扱いが困難であった。またこの繊維を用いて実施例 2 と同様にして延伸仮撚加工を行おうとしたがガイド類の汚れが激しいため、毛羽が多発した。

【0070】(比較例 7) 実施例 1 のポリマーを用いて、油剤付着量を 0.1 重量%とした以外は実施例 1 と同様にして 110 d / 36 f の繊維を得ようとしたが、油剤付着率が低いため、紡糸過程で糸切れが多発し、繊維を得ることができなかった。

(比較例 8, 9) 実施例 1 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 110 d / 36 f の繊維を得ようとした。紡糸過程

extent retracting, when it measured fiber property, crystalline peak was not observed, also density and boiling water shrink ratio had come off from range of this invention. Making use of this fiber drawing false-twisting was done after yarn-spinning next day and theyarn-spinning 1 month, to similar to Working Example 2, but because property of fiber had changed, it could not obtain false-twist yarn of same quality. .

[0068] (Comparative Example 3) Fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is shown in the Table 1 making use of polymer of intrinsic viscosity 0.7 which it acquires in the same way as Working Example 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but tightening occurred, it was not possible to extract the cheese package from winder. 1 kg extent retracting, when it measured fiber property, crystalline peak was not observed, also density had come off from range of this invention.

(Comparative Example 4) Making use of polymer of Working Example 1, it tried to obtain fiber of the 110 d/36f with condition which is shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but tightening occurs, bulge could not either be large, extract cheese package from winder. 1 kg extent retracting, when it measured fiber property, crystallization advanced too much, density had come off from range of this invention.

[0069] (Comparative Example 5) Other than designating heat treatment temperature as 180 °C, it tried to obtain the fiber to similar to Working Example 1. As for tightening although it does not occur, as for cheese package which is acquired bulge was large, handling difficult. When fiber property was measured, crystallization advanced too much, static coefficient of friction between density and yarn - yarn had come off from range of this invention. In addition making use of this fiber drawing false-twisting was done to similar to the Working Example 2 but it could not obtain false-twist yarn which possesses shrinkage form like PET.

(Comparative Example 6) Making use of polymer of Working Example 1, fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but because oil deposition ratio is large, as for cheese package which is acquired bulge was large, handling difficult. In addition making use of this fiber it tried to do drawing false-twisting to similar to Working Example 2 but because soiling of guides is extreme, the feather occurred frequently.

[0070] (Comparative Example 7) Making use of polymer of Working Example 1, other than designating oil deposited amount as 0.1 weight%, it tried to obtain fiber of 110 d/36f with similar to Working Example 1, but because oil deposition ratio is low, yarn break could occur frequently with yarn-spinning process, could not acquire fiber.

(Comparative Example 8, 9) Making use of polymer of Working Example 1, it tried to obtain fiber of the 110 d/36f with condition which is

で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、比較例 8 では巻き取り張力が高かったために巻締まりが発生し、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すことができず、比較例 9 では巻き取り張力が低すぎたため、紡糸過程で糸切れが多発した。

【0071】（比較例 10）実施例 1 のポリマーを定法により乾燥し、水分を 40 ppm にした後、285℃で熔融させ、直径 0.23 mm の 36 個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押出した。押出された熔融マルチフィラメントは、長さ 8 cm、温度 60℃の保温領域を通過後、風速 0.35 m/min の風を当てて急冷し、実施例 1 と同じ油剤を濃度 10 重量%の水エマルジョン仕上り剤として、繊維に対して油剤付着量が 1 重量%となるように付着させた後、未延伸糸を 1600 m/分にて巻き取った。得られた未延伸糸を直ちに 55℃の予熱ロールを通し、その後 140℃のホットプレートを通して延伸倍率 3.2 倍で延伸を行い、75 d/36 f の延伸糸を得た。得られた糸の物性を表 2 に示す。このように延伸糸は配高、結晶化が進んでいるため密度、複屈折率、熱応力のピーク値が本発明の範囲に比べて高く、また伸度が本発明の範囲に比べて低い。この繊維を用いて実施例 2 と同様に延伸仮撚加工を行おうとしたが、糸切れ、毛羽が多発し、延伸仮撚加工を行うことはできなかった。

shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but with Comparative Example 8 tightening occurred because windup tension is high, it was not possible to extract cheese package from winder, because with Comparative Example 9 windup tension is too low, yarn break occurred frequently with yarn-spinning process.

[0071] (Comparative Example 10) After dries polymer of Working Example 1 with fixed method, designating the water as 40 ppm, melting with 285℃, extrusion it is through the spinneret of single array which hole of 36 of diameter 0.23 mm you opened. Dissolving multifilament which extrusion is done, after passing, applying the wind of air speed 0.35 m/min, quench did in order for oil deposited amount to become the 1 wt% with same oil as Working Example 1 as aqueous emulsion finishing agent of concentration 10 weight %, vis-a-vis fiber temperature-holding region of length 8 cm and temperature 60℃, unstretched fiber with 1600 m/min, after depositing, retracted. drawing was done with draw ratio 3.2 times unstretched fiber which is acquired preheat roll of 55℃ through, after that through the hot plate of 140℃ at once, drawn fiber of 75d/36f was acquired. property of yarn which is acquired is shown in the Table 2. This way drawn fiber because distribution high, crystallization is advanced, the peak value of density, birefringence ratio and thermal stress is high in comparison with range of this invention, in addition elongation is low in comparison with range of this invention. It tried to do drawing false-twisting in same way as Working Example 2 making use of this fiber, but yarn break and feather occur frequently, it was not possible to do drawing false-twisting.

【0072】

[0072]

【表 1】

[Table 1]

	極限 粘度	第一ロール			巻取 速度	巻取 張力	巻取 繰角
		温度	周速度	ラップ数			
	[η]	℃	m/min	回	m/min	g/d	°
実施例 1	0.9	90	3200	6	3200	0.036	5.0
実施例 2	0.9	90	2800	6	2800	0.030	5.0
実施例 3	0.9	55	3200	10	3200	0.063	5.0
実施例 4	0.9	140	3200	2	3250	0.032	5.0
実施例 5	0.9	100	2200	20	2230	0.036	5.0
実施例 6	0.9	90	3800	2	3760	0.118	5.0
実施例 7	0.9	90	3200	5	3250	0.041	6.5
実施例 8	0.9	90	3200	4	3200	0.072	5.0
実施例 9	0.7	120	3250	5	3200	0.081	4.5
実施例 10	0.7	80	3510	5	3500	0.093	4.5
実施例 11	0.7	80	3040	5	3000	0.078	4.5
比較例 1	0.9	140	1800	20	1850	0.032	5.0
比較例 2	0.9	30	2500	6	2480	0.036	6.0
比較例 3	0.7	30	3960	6	4000	0.155	5.0
比較例 4	0.9	70	4800	3	4750	0.227	5.0
比較例 5	0.9	180	3200	3	3200	0.036	5.0
比較例 6	0.9	90	3200	6	3200	0.032	5.0
比較例 8	0.9	90	3200	6	3400	0.218	5.0
比較例 10	0.9	-	-	-	-	-	-

[0073]

[0073]

[表2]

[Table 2]

	線度	強度	伸度	U%	密度	結晶性	複屈折率	融点力のピーク値	排水収縮率	糸糸間摩擦係数	式(A)のGの値	油剤付着量重量%	バルジ率	糸管の取り出し
	d	g/d	%	%	g/cm <sup>3</sup>			g/d	%	係数			%	
実施例 1	110	1.7	80	0.8	1.320	○	0.054	0.036	6	0.53	0.109	0.7	9	○
実施例 2	110	2.5	92	1.2	1.324	○	0.050	0.042	7	0.55	0.129	0.7	6	○
実施例 3	110	2.7	83	0.7	1.322	○	0.060	0.088	16	0.66	0.139	0.7	7	○
実施例 4	110	2.8	75	1.2	1.338	○	0.049	0.032	4	0.52	0.099	0.7	17	○
実施例 5	110	2.0	115	1.5	1.320	○	0.032	0.025	5	0.57	0.149	0.7	8	○
実施例 6	110	3.0	65	0.7	1.330	○	0.055	0.100	9	0.52	0.089	0.6	18	○
実施例 7	110	2.7	78	0.8	1.332	○	0.054	0.054	8	0.53	0.109	0.7	6	○
実施例 8	50	2.8	75	0.9	1.325	○	0.060	0.105	5	0.33	0.139	0.7	11	○
実施例 9	113	2.7	84	1.0	1.332	○	0.048	0.023	4	0.54	0.107	0.6	9	○
実施例 10	113	2.9	78	0.9	1.324	○	0.046	0.079	8	0.55	0.117	0.7	12	○
実施例 11	115	2.2	80	1.1	1.324	○	0.044	0.039	5	0.54	0.100	0.8	8	○
比較例 1	110	1.7	128	2.9	1.314	○	0.026	0.008	8	0.57	0.149	0.7	2	○
比較例 2	110	2.2	100	1.0	1.312	×	0.041	0.010	45	0.57	0.149	0.7	—	×
比較例 3	110	2.5	105	1.0	1.320	×	0.038	0.040	19	0.57	0.149	0.7	—	×
比較例 4	110	3.3	55	2.1	1.344	○	0.061	0.085	8	0.53	0.109	0.6	—	×
比較例 5	110	2.5	74	1.5	1.346	○	0.048	0.008	2	0.45	0.039	0.6	24	○
比較例 6	110	2.7	85	1.1	1.325	○	0.054	0.036	5	0.45	0.029	2.5	25	○
比較例 8	110	2.9	70	1.8	1.332	○	0.057	0.082	15	0.52	0.099	0.7	—	×
比較例 10	75	4.1	38	0.8	1.344	○	0.073	0.360	13	0.43	0.143	1.0	—	—

[0074]

[0074]

(注) 結晶性: (010) 面に由来するピークが観察された : ○

(注) Crystallinity: (010) Peak which derives on surface was observed : .circ.

: (010) 面に由来するピークが観察されなかった : ×

: (010) Peak which derives on surface did not observe : X

糸管の取り出し: 繊維を6kg巻取った時にスピンドルより糸管を取り出すこと

Removal: of yarn bobbin When 6 kg retracting fiber, spindle twist yarn tube is removed thing

ができた : ○

Was possible, : .circ.

: 繊維を6kg巻取った時にスピンドルより糸管を取り出すこと

: When 6 kg retracting fiber, spindle twist yarn tube is removed thing

ができなかった : ×

Was not possible, : X

(比較例11) 延伸倍率を1.6倍とした以外は、比較例10と同様にして100d/36fの繊維を得た。部分配高繊維と同程度の破断伸度の繊維を得ようとしたが、延伸むらが発生し、糸径むらの大きい繊維しか得られなかった。この繊維のU%は3.5%と非常に大きく、他の物性はバラツキが非常に大きく測定困難であった。

(Comparative Example 11) Other than designating draw ratio as 1.6-fold, fiber of 100d/36f was acquired to similar to Comparative Example 10. It tried to obtain portion distribution high fiber and fiber of the elongation at break of same extent, but drawing unevenness occurred, only fiber whose yarn diameter unevenness is large it could acquire. U% of this fiber was large to 3.5% and emergency the other property variation very to be large measurement difficult.



【0075】

【発明の効果】本発明のポリエステル繊維は、適度な結晶性と配向性を兼ね備えた部分配向PTT繊維である。このため、巻取の際に巻締まりが起こりにくく良好な巻姿のチーズ状パッケージを得ることができ、工業的に製造することができる。また、繊維が経時変化しにくいために高速の延伸仮撚加工においても長期間にわたって同一条件にて同じ品質の仮撚加工系を工業的に製造することができる。本発明のポリエステル繊維は、延伸を行わずに、1段階の紡糸工程のみで繊維を得ることができるために生産性が高く、低コストにて繊維を製造することができ、巻き量が多いために巻取時や加工時の切り替え工数が少なく製造作業を効率良く進めることができる。本発明の部分配向PTT繊維を用いて製造した仮撚加工系は、ソフトな風合いと高い伸縮伸長率、伸縮弾性率を持った極めて優れたストレッチ素材として好適な仮撚加工系となる。このためいわゆるソックスや交編タイプのパンティストッキング、タイツ、ソックス（裏糸、ロゴム）、ジャージー、弾性糸のカバリング糸、交編パンティストッキング等交編品の伴糸等に有用である。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】(イ)本発明のポリエステル繊維の結晶性に由来する回折像が観察される広角X線回折像を示すデジタル画像（写真）である。

(ロ)本発明のポリエステル繊維の結晶性に由来する回折像が観察されない広角X線回折像を示すデジタル画像（写真）である。

【図2】本発明のポリエステル繊維を用いて糸管にマルチフィラメントを巻き付けたチーズ状パッケージの状態を示す概略図である。図2-(イ)はその望ましいチーズ状パッケージを示す概略図であり、図2-(ロ)はバルジのあるチーズ状パッケージを示す概略図である。

【図3】本発明を実施する紡糸機の概略を示す模式図である。

【図4】本発明を実施する紡糸機の加熱ゾーンの概略を示す模式図である。

## 【符号の説明】

- 1 乾燥機
- 2 押出機
- 3 ベンド

[0075]

[Effects of the Invention] Polyester fiber of this invention is portion orientation PTT fiber which holds the suitable crystallinity and orientation. Because of this, tightening to happen be able to acquire cheese package of the satisfactory fluff difficult case of winding, it can produce in the industrially. In addition, fiber regarding drawing false-twisting of high speed because the change over time it is difficult to do with identical condition false-twist yarn of same quality can be produced in industrially over long period. As for polyester fiber of this invention, without doing drawing, productivity can be high because can acquire fiber with only yarn-spinning step of the single step, produce fiber with low cost because winding amount is many at the time of winding and change fabrication steps when processing advancing the production work little efficiently is possible. It becomes preferred false-twist yarn as stretch material where false-twist yarn which is produced making use of portion orientation PTT fiber of this invention, soft texture and had high extension and retraction elongation and extension and retraction modulus and quite is superior. Because of this so-called ソックス and panty stocking of union knit type, tights and socks (back yarn and oral rubber), it is useful in Ban yarn etc of union knit item such as covering yarn and union knit panty stocking of jersey and elastic yarn.

## [Brief Explanation of the Drawing(s)]

[Figure 1] (イ) It is a digital image (photograph) which shows wide angle x-ray diffraction image where diffraction image which derives in the crystallinity of polyester fiber of this invention is observed.

(ロ) It is a digital image (photograph) which shows wide angle x-ray diffraction image where diffraction image which derives in the crystallinity of polyester fiber of this invention is not observed.

[Figure 2] It is a conceptual diagram which shows state of cheese package which winds multifilament around yarn bobbin making use of polyester fiber of this invention. Figure 2 - (J2) is conceptual diagram which shows that desirable cheese package, Figure 2 - (jp2) is conceptual diagram which shows cheese package which has bulge.

[Figure 3] It is a schematic diagram which shows outline of spinning machine which executes this invention.

[Figure 4] It is a schematic diagram which shows outline of heated zone of one of spinning machine which executes this invention.

## [Explanation of Reference Signs in Drawings]

- 1 dryer
- 2 extruder
- 3 bend



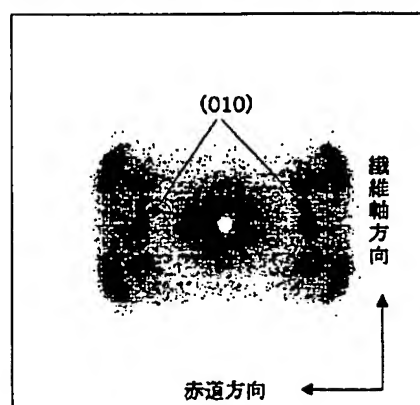
4	スピンヘッド	4	spin head
5	紡口パック	5	spinneret pack
6	紡糸口金	6	spinneret
7	保温領域	7	temperature-holding region
8	マルチフィラメント	8	multifilament
9	冷却風	9	cooling air
A	紡糸チャンバー	A	yarn-spinning chamber
10	仕上げ剤付与装置	10	finishing agent applicator
11	第1ロール	11	1st roll
12	フリーロール	12	free roll
13	巻取機	Vol.13	taking machine
13 a	スピンドル	13a	spindle
13 b	タッチロール	13b	touch roll
14	繊維を加熱するゾーン	14	fiber is heated zone
15	第2ロール	15	2nd roll
16	第1ネルソンロール	16	1st Nelson roll
17	第2ネルソンロール	17	2nd Nelson roll
18	第1ヒーター	18	1st heater
19	第2ヒーター	19	2nd heater

【図1】

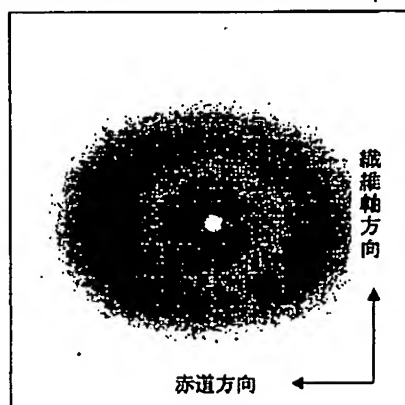
[Figure 1]

《繊維の広角X線回折像》

(イ)  
《結晶性による回折像の観察される広角X線回折像》

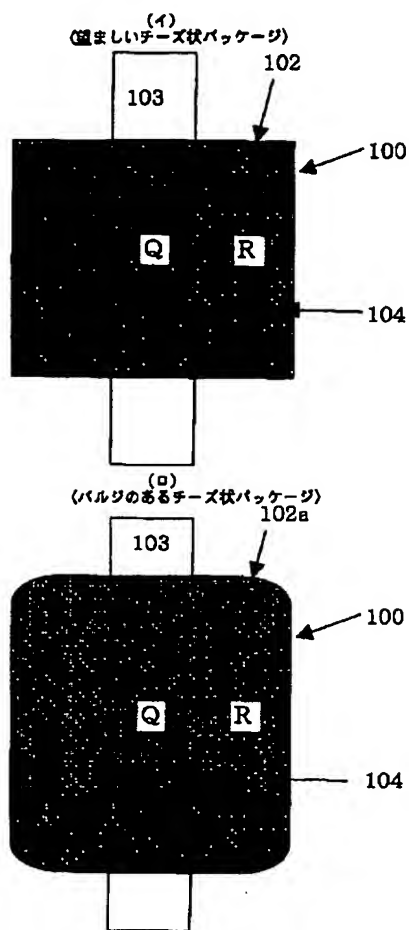


(ロ)  
《結晶性による回折像の観察されない広角X線回折像》



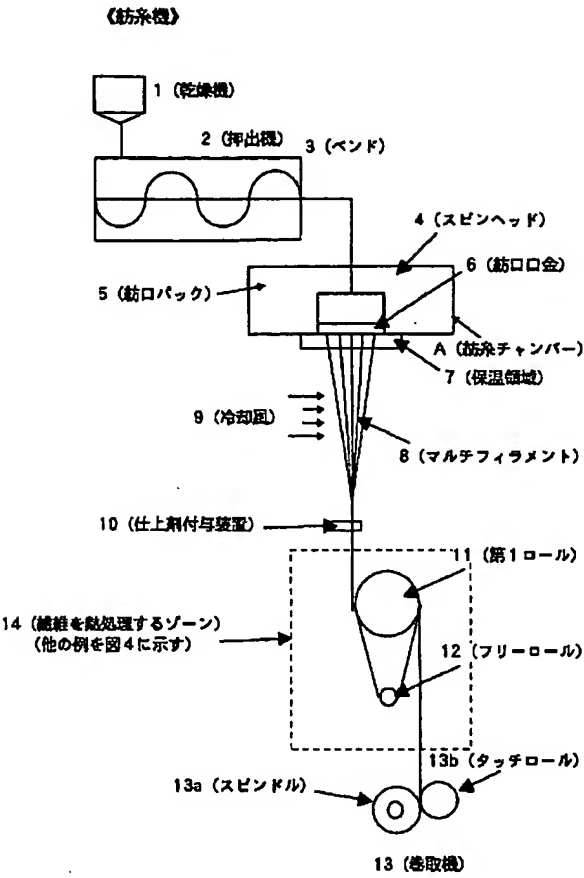
【図 2】

[Figure 2]



【図 3】

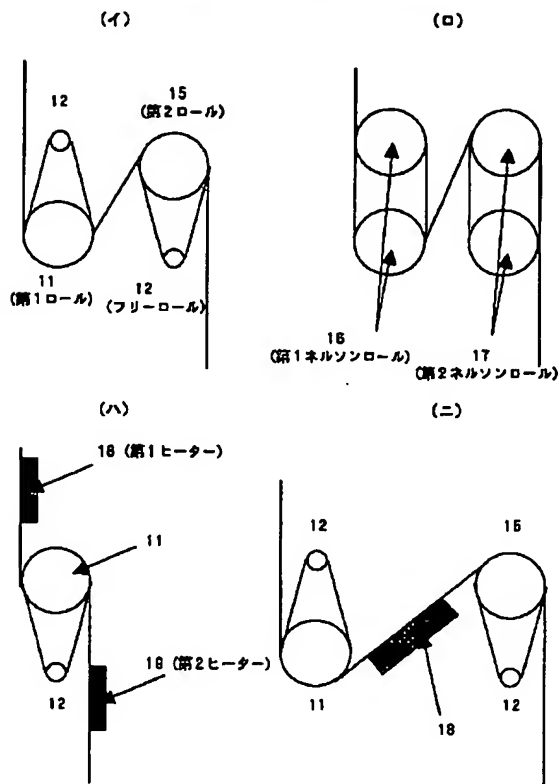
[Figure 3]



【図 4】

[Figure 4]

## 《繊維を加熱するゾーンの概略図》



## 【手続補正書】

【提出日】平成12年4月28日(2000.4.28)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)～(5)の要件を満足することを特徴とするポリエステル繊維。

(1) 密度 : 1.320～1.340 g/cm<sup>3</sup>

## &lt; filing amendment &gt;

[Submission Date] 2000 April 28 day (2000.4.28)

## [Amendment 1]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] Claims

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

## [Claim(s)]

[Claim 1] Polyester fiber which designates that it consists of poly t rimethylene terephthalate where the 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of the below-mentioned (I) to (5) as feature.

(1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) 複屈折率 : 0.030~0.070

(3) 熱応力のピーク値 : 0.01~0.12  
g/d

(4) 沸水収縮率 : 3~20%

(5) 破断伸度 : 40~140%

【請求項2】 下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06~0.20であることを特徴とする、請求項1記載のポリエステル繊維。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【請求項3】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)~(5)の要件を満足し、更に該繊維がチーズ状パッケージに巻かれていることを特徴とするポリエステル繊維。

(1) 密度 : 1.320~1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) 複屈折率 : 0.030~0.070

(3) 熱応力のピーク値 : 0.01~0.12  
g/d

(4) 沸水収縮率 : 3~20%

(5) 破断伸度 : 40~140%

【請求項4】 下記式(A)で示される、糸-糸間の静摩擦係数Fと繊維の総繊度d(デニール)より計算した繊度補正静摩擦係数Gが0.06~0.20であることを特徴とする、請求項3記載のポリエステル繊維。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【請求項5】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(1)~(5)の要件を満足し且つポリエステル繊維が巻き付けられ、バルジ率が20%以下であることを特徴とする、チーズ状パッケージ。

(1) 密度 : 1.320~1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) 複屈折率 : 0.030~0.070

(3) 熱応力のピーク値 : 0.01~0.12  
g/d

(4) 沸水収縮率 : 3~20%

(5) 破断伸度 : 40~140%

(2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070

(3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d

(4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %

(5) Elongation at break : 40 to 140 %

[Claim2] It is shown with below-mentioned Formula (A), polyester fiber which designates that fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is 0.06 to 0.20 as feature from the static coefficient of friction F between yarn - yarn, and total fineness d(denier) of fiber states in the Claim 1.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[Claim3] It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of below-mentioned (1) to (5), furthermore the polyester fiber which designates that said fiber is wound in cheese package as feature.

(1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070

(3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d

(4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %

(5) Elongation at break : 40 to 140 %

[Claim4] It is shown with below-mentioned Formula (A), polyester fiber which designates that fineness correction static coefficient of friction G which was calculated is 0.06 to 0.20 as feature from the static coefficient of friction F between yarn - yarn, and total fineness d(denier) of fiber states in the Claim 3.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[Claim5] It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, only satisfaction polyester fiber can wind requisite of below-mentioned (1) to (5), it designates that bulge ratio is 20% or lower as feature, the cheese package.

(1) Density : 1.320 to 1.340 g/cm<sup>3</sup>

(2) Birefringence ratio : 0.030 to 0.070

(3) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.12 g/d

(4) Boiling water shrink ratio : 3 to 20 %

(5) Elongation at break : 40 to 140 %

【請求項 6】 巻き付けられている繊維の、下記式 (A) で示される、糸糸間の静摩擦係数  $F$  と繊維の総繊度  $d$  (デニール) より計算した繊度補正静摩擦係数  $G$  が  $0.06 \sim 0.20$  であることを特徴とする、請求項 5 記載のチーズ状パッケージ。

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

【請求項 7】 90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、 $50 \sim 170^\circ\text{C}$  で熱処理を行った後、 $0.02 \sim 0.20 \text{ g/d}$  の巻取張力にて  $2000 \sim 4000 \text{ m/分}$  の速度で巻き取ること特徴とする、ポリエステル繊維の製造方法。

【請求項 8】 90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変えた後、該繊維に対して  $0.2 \sim 3$  重量%となるように油剤を付与し、その後  $50 \sim 170^\circ\text{C}$  で熱処理を行った後、 $0.02 \sim 0.20 \text{ g/d}$  の巻取張力にて  $2000 \sim 4000 \text{ m/分}$  の速度で巻き取ること特徴とする、ポリエステル繊維の製造方法。

【請求項 9】 請求項 1～4 記載のポリエステル繊維を用いた仮撚加工系。

【請求項 10】 請求項 1～4 記載のポリエステル繊維をフリクションタイプの仮撚加工機にて延伸仮撚加工した仮撚加工系。

【請求項 11】 仮撚速度  $300 \sim 1000 \text{ m/分}$ 、仮撚温度  $100 \sim 200^\circ\text{C}$  で仮撚加工した請求項 10 記載の仮撚加工系。

【請求項 12】 請求項 1～4 記載のポリエステル繊維を用いる仮撚加工方法。

【請求項 13】 フリクションタイプの方法を用いる、請求項 12 記載のポリエステル繊維の延伸仮撚加工方法。

【請求項 14】 仮撚速度  $300 \sim 1000 \text{ m/分}$ 、仮撚温度  $100 \sim 200^\circ\text{C}$  で仮撚加工を行う請求項 13 記載の延伸仮撚加工方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0001

【補正方法】 変更

【補正内容】

[Claim 6] It is shown, with below-mentioned Formula (A) of fiber which is wound, cheese package which designates that fineness correction static coefficient of friction  $G$  which was calculated is  $0.06$  to  $0.20$  as feature from static coefficient of friction  $F$  between yarn-yarn, and the total fineness  $d$  (denier) of fiber states in Claim 5.

$$G = F - 0.00383 \times d \quad \dots (A)$$

[Claim 7] Regarding to method which poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from the trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from spinneret quench doing dissolving multifilament, it changes into solid multifilament, after doing the heat treatment with  $50$  to  $170^\circ\text{C}$ , it designates that with winding tension of  $0.02$  to  $0.20 \text{ g/dit}$  retracts with velocity of  $2000$  to  $4000 \text{ m/min}$  as feature, manufacturing method of the polyester fiber.

[Claim 8] In method which poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit the melt spinning is done regarding, extrusion it is from spinneret quench doing dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, in order to become  $0.2$  to  $3 \text{ wt\%}$  vis-a-vis the said fiber, it grants oil, after that after doing the heat treatment with  $50$  to  $170^\circ\text{C}$ , it designates that with winding tension of  $0.02$  to  $0.20 \text{ g/dit}$  retracts with velocity of  $2000$  to  $4000 \text{ m/min}$  as feature, manufacturing method of the polyester fiber.

[Claim 9] False-twist yarn which uses polyester fiber which is stated in Claim 1 to 4.

[Claim 10] Polyester fiber which is stated in Claim 1 to 4 with false twisting machine of friction type the drawing false-twisting false-twist yarn which is done.

[Claim 11] With false twist rate  $300$  to  $1000 \text{ m/min}$  and false twist temperature  $100$  to  $200^\circ\text{C}$  false-twisting false-twist yarn which is stated in the Claim 10 which is done.

[Claim 12] False-twisting method which uses polyester fiber which is stated in Claim 1 to 4.

[Claim 13] Drawing false-twisting method of polyester fiber which uses method of friction type, states in the Claim 12.

[Claim 14] Drawing false-twisting method which is stated in Claim 13 which does false-twisting with the false twist rate  $300$  to  $1000 \text{ m/min}$  and false twist temperature  $100$  to  $200^\circ\text{C}$ .

[Amendment 2]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0001

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高速での延伸仮撚加工に適したポリトリメチレンテレフタレート繊維、そのチーズ状パッケージ及びそれからの仮撚加工系に関する。更に詳しくは、本発明は、工業的に製造可能で、長期間にわたって安定した延伸仮撚加工ができる部分配向ポリトリメチレンテレフタレート繊維およびその繊維を製造する方法に関する。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】本発明の目的は、工業的に製造可能で且つ長期間にわたって安定した延伸仮撚加工ができる部分配向PTT繊維およびその製造方法、そのチーズ状パッケージ、それからの仮撚加工系およびその仮撚加工方法を提供するものである。本発明の目的を達成するために解決すべき課題は、上記  
(A)問題に対応して工業的な製造を可能とするために、巻締まりおよびバルジの発生を抑制し、上記(B)問題に対応して工業的な延伸仮撚加工を可能とするために、室温で物性が経時変化しない部分配向PTT繊維とすることである。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

【0015】(C) ポリエステル繊維の製造方法

① 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、50～170℃で熱処理を行った後、0.02～0.20g/dの巻取張力にて2000～4000m/分の速度で巻き取る、ポリエステル繊維の製造方法を提供する。また、

② 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融マルチフィラメント

[0001]

[Technological Field of Invention] As for this invention, poly trimethylene terephthalate fiber and cheese package which are suited for the drawing false-twisting with high speed and then it regards false-twist yarn. Furthermore as for details, as for this invention, in industrially with the producible, it regards portion orientation poly trimethylene terephthalate fiber which can do drawing false-twisting which is stabilized over long period and method which produces its fiber.

[Amendment 3]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0011

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0011] As for objective of this invention, in industrially portion orientation PTT fiber and its manufacturing method which can do drawing false-twisting which is stabilized over and long period with producible, cheese package, then it is something which offers false-twist yarn and its false-twisting method. In order problem to be solved, corresponding to above-mentioned (A) problem, in order to make industrial production possible, controls occurrence of tightening and bulge in order to achieve objective of this invention, corresponds to above-mentioned (B) problem and to make industrial drawing false-twisting possible, the property is to make portion orientation PTT fiber which change over time is not done with room temperature.

[Amendment 4]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0015

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0015] (C) Manufacturing method of polyester fiber

Regarding to method which poly trimethylene terephthalate where circle-1. 90 mole% or greater is formed from the trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from spinneret quench doing dissolving multifilament, it changes into solid multifilament, after doing the heat treatment with 50 to 170 °C, with winding tension of 0.02 to 0.20 g/d it retracts with the velocity of 2000 to 4000 m/min, manufacturing method of polyester fiber is offered. In addition,

Regarding to method which poly trimethylene terephthalate where circle-2. 90 mole% or greater is formed from the trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from



を急冷して固体マルチフィラメントに変えた後、該繊維に対して0.2～3重量%となるように油剤を付与し、その後50～170℃で熱処理を行った後、0.02～0.20g/dの巻取張力にて2000～4000m/分の速度で巻き取る、ポリエステル繊維の製造方法を提供する。

spinneret quenching dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, in order to become 0.2 to 3 wt% vis-a-vis said fiber, it grants oil, after that after doing heat treatment with 50 to 170 °C, with winding tension of the 0.02 to 0.20 g/d it retracts with velocity of 2000 to 4000 m/min, manufacturing method of polyester fiber is offered.

(D) ポリエステル繊維を用いた仮撚加工とその仮撚加工方法

(D) Use polyester fiber false-twist yarn and false-twisting method with

① ①～④記載のポリエステル繊維を用いた仮撚加工系。

False-twist yarn which uses polyester fiber which is stated in .circle-1. .circle-1. to .circle-4. .

② ①～④記載のポリエステル繊維をフリクションタイプの仮撚加工機にて延伸仮撚加工した仮撚加工系。

Polyester fiber which is stated in .circle-2. .circle-1. to .circle-4. with false twisting machine of friction type the drawing false-twisting false-twist yarn which is done.

③ 仮撚速度300～1000m/分、仮撚温度100～200℃で仮撚加工した②記載の仮撚加工系。

With .circle-3. false twist rate 300 to 1000 m/min and false twist temperature 100 to 200 °C false-twisting false-twist yarn which is stated in the .circle-2. which is done.

④ ①～④記載のポリエステル繊維を用いる仮撚加工方法。

False-twisting method which uses polyester fiber which is stated in .circle-4. .circle-1. to .circle-4. .

⑤ フリクションタイプの方法を用いる、④記載のポリエステル繊維の延伸仮撚加工方法。

Drawing false-twisting method of polyester fiber which uses method of .circle-5. friction type, states in the .circle-4. .

⑥ 仮撚速度300～1000m/分、仮撚温度100～200℃で仮撚加工を行う⑤記載の延伸仮撚加工方法。

Drawing false-twisting method which is stated in .circle-5. which does false-twisting with the .circle-6. false twist rate 300 to 1000 m/min and false twist temperature 100 to 200 °C.

【手続補正5】

[Amendment 5]

【補正対象書類名】明細書

[Section of Amendment] Specification

【補正対象項目名】0043

[Amendment Item] 0043

【補正方法】変更

[Amendment Method] Modification

【補正内容】

[Content of Amendment]

【0043】5) また、付与する仕上げ剤は、繊維に対して油剤が0.2～3重量%付着するようにするのが好ましく、0.2～2重量%であることが更に好ましい。油剤の付着量が0.1重量%以下では、仕上げ剤を付与する目的である、繊維の集束性、制電性、滑り性などが悪化してしまい、巻取時や、後加工時に毛羽や糸切れが多発してしまう。油剤の付着量が3重量%を超えると、糸-糸間の静摩擦係数が低くなりすぎ、バルジが発生しやすくなってしまったり、繊維がべとついて取扱性が悪化したり、紡糸、巻取りの際に用いるガイド類、ロール類に油剤が付着して汚れてしまい、毛羽や糸切れの原因となってしまうりする。

[0043] 5) and, as for finishing agent which is granted, oil 0.2 to 3 wt% it tries to depositing is desirable vis-a-vis fiber, furthermore it is desirable to be a 0.2 to 2 wt%. deposited amount of oil with 0.1 weight% or less, is objective which grants the finishing agent, bundling property of fiber, antistatic and slipperiness etc deteriorate, at time of winding and, feather and yarn break occur frequently at time of postprocessing. When deposited amount of oil exceeds 3 wt%, static coefficient of friction between the yarn - yarn becomes too low, bulge becomes easy to occur, fiber sticking, oil depositing in guides, and roll where the handling deteriorates, uses case of yarn-spinning and winding it becomes dirty, becomes cause of feather and yarn break.

【手続補正6】

[Amendment 6]

【補正対象書類名】明細書

[Section of Amendment] Specification

【補正対象項目名】 0066

【補正方法】 変更

【補正内容】

【0066】（参考例1）実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で110d/36fの繊維を得た。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、油剤付着率が大きいため、得られたチーズ状パッケージはバルジが大きく、取り扱いが困難であった。またこの繊維を用いて実施例2と同様にして延伸仮燃加工を行おうとしたがガイド類の汚れが激しいため、毛羽が多発した。

（参考例2）実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で110d/36fの繊維を得ようとした。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、巻取り張力が高かったために巻締まりが発生し、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すことができなかった。

【手続補正7】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0067

【補正方法】 変更

【補正内容】

【0067】（比較例1）実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で110d/36fの繊維を得た。得られた繊維物性を表2に記す。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、得られた繊維は配高性、結晶性ともに不十分で密度、熱応力のピーク値および伸度が本発明の範囲より外れ、またU%も大きかった。この繊維を用いて実施例2と同様にして延伸仮燃加工を行ったが、巻縮率が低く、しかも毛羽が多発するものしか得られなかった。

【手続補正8】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0068

【補正方法】 変更

【補正内容】

【0068】（比較例2）実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で110d/36fの繊維を得た。紡糸過程

[Amendment Item] 0066

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0066] (Reference Example 1) Making use of polymer of Working Example 1, fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but because oil deposition ratio is large, as for cheese package which is acquired bulge was large, handling difficult. In addition making use of this fiber it tried to do drawing false-twisting to similar to Working Example 2 but because soiling of guides is extreme, the feather occurred frequently.

(Reference Example 2) Making use of polymer of Working Example 1, it tried to obtain fiber of the 110 d/36f with condition which is shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but tightening occurred because winding tension is high, it was not possible to extract cheese package from winder.

[Amendment 7]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0067

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0067] (Comparative Example 1) Making use of polymer of Working Example 1, fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is shown in Table 1. fiber property which is acquired is inscribed to Table 2. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but as for fiber which is acquired distribution high characteristic, both crystallinity peak value and elongation of the density and thermal stress range of this invention compared to came off with the insufficient, in addition also U% was large. Making use of this fiber drawing false-twisting was done to similar to Working Example 2, but  $\epsilon$  reduction ratio is low, furthermore only those where feather occurs frequently it could acquire.

[Amendment 8]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0068

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0068] (Comparative Example 2) Making use of polymer of Working Example 1, fiber of 110 d/36f was acquired with condition which is

で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、巻締まりが発生し、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すことができなかった。1 kg 程度巻き取って繊維物性を測定したところ、結晶性のピークは観察されず、密度や沸水収縮率も本発明の範囲より外れていた。この繊維を用いて実施例 2 と同様にして紡糸翌日と紡糸 1 ヶ月後に延伸仮撚加工を行ったが、繊維の物性が変化していたために同じ品質の仮撚加工系を得ることはできなかった。

## 【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正内容】

【0069】（比較例 3）実施例 1 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 110 d / 36 f の繊維を得ようとした。紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかったが、巻締まりが発生し、バルジが大きく、チーズ状パッケージを巻取機より抜き出すこともできなかった。1 kg 程度巻取って繊維物性を測定したところ、結晶化が進み過ぎ、密度が本発明の範囲より外れていた。

## 【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】変更

【補正内容】

【0070】（比較例 4）熱処理温度を 180 °C にした以外は、実施例 1 と同様にして繊維を得ようとした。巻締まりは発生しないものの得られたチーズ状パッケージはバルジが大きく、取り扱いが困難であった。繊維物性を測定したところ、結晶化が進み過ぎ、密度および糸糸間の静摩擦係数が本発明の範囲より外れていた。またこの繊維を用いて実施例 2 と同様にして延伸仮撚加工を行ったが PET 並みの巻縮形態を有した仮撚加工系を得ることはできなかった。

## 【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but tightening occurred, it was not possible to extract the cheese package from winder. 1 kg extent retracting, when it measured fiber property, crystalline peak was not observed, also density and boiling water shrink ratio had come off from range of the this invention. Making use of this fiber drawing false-twisting was done after yarn-spinning next day and theyarn-spinning 1 month, to similar to Working Example 2, but because property of fiber had changed, it could not obtain false-twist yarn of same quality.

## [Amendment 9]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0069

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0069] (Comparative Example 3) Making use of polymer of Working Example 1, it tried to obtain fiber of the 110 d/36f with condition which is shown in Table 1. Occurrence of yarn break and feather was not recognized with the yarn-spinning process, but tightening occurs, bulge could not either be large, extract cheese package from winder. 1 kg extent retracting, when it measured fiber property, crystallization advanced too much, density had come off from range of this invention.

## [Amendment 10]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0070

[Amendment Method] Modification

[Content of Amendment]

[0070] (Comparative Example 4) Other than designating heat treatment temperature as 180 °C, it tried to obtain the fiber to similar to Working Example 1. As for tightening although it does not occur, as for cheese package which is acquired bulge was large, handling difficult. When fiber property was measured, crystallization advanced too much, static coefficient of friction between density and yarn - yarn had come off from range of the this invention. In addition making use of this fiber drawing false-twisting was done to similar to the Working Example 2 but it could not obtain false-twist yarn which possesses shrinkage form like PET.

## [Amendment 11]

[Section of Amendment] Specification

[Amendment Item] 0071

## 【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0071】（比較例5）実施例1のポリマーを用いて、油剤付着量を0.1重量%とした以外は実施例1と同様にして110d/36fの繊維を得ようとしたが、油剤付着率が低いため、紡糸過程で糸切れが多発し、繊維を得ることができなかった。

（比較例6）実施例1のポリマーを定法により乾燥し、水分を40ppmにした後、285℃で熔融させ、直径0.23mmの36個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押出した。押出された熔融マルチフィラメントは、長さ8cm、温度60℃の保温領域を通過後、風速0.35m/minの風を当てて急冷し、実施例1と同じ油剤を濃度10重量%の水エマルジョン仕上げ剤として、繊維に対して油剤付着量が1重量%となるように付着させた後、未延伸糸を1600m/分にて巻き取った。得られた未延伸糸を直ちに55℃の予熱ロールを通し、その後140℃のホットプレートを通して延伸倍率3.2倍で延伸を行い、75d/36fの延伸糸を得た。得られた糸の物性を表2に示す。このように延伸糸は配高、結晶化が進んでいるため密度、複屈折率、熱応力のピーク値が本発明の範囲に比べて高く、また伸度が本発明の範囲に比べて低い。この繊維を用いて実施例2と同様に延伸仮撚加工を行おうとしたが、糸切れ、毛羽が多発し、延伸仮撚加工を行うことはできなかった。

## 【手続補正12】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0072

## 【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【0072】

## 【表1】

## [Amendment Method] Modification

## [Content of Amendment]

[0071] (Comparative Example 5) Making use of polymer of Working Example 1, other than designating oil deposited amount as 0.1 weight%, it tried to obtain fiber of 110 d/36f with assimilar to Working Example 1, but because oil deposition ratio is low, yarn break could occur frequently with yarn-spinning process, could not acquire fiber.

(Comparative Example 6) After dries polymer of Working Example 1 with fixed method, designating the water as 40 ppm, melting with 285 °C, extrusion it is through the spinneret of single array which hole of 36 of diameter 0.23 mm you opened. Dissolving multifilament which extrusion is done, after passing, applying the wind of air speed 0.35 m/min, quench did in order for oil deposited amount to become the 1 wt% with same oil as Working Example 1 as aqueous emulsion finishing agent of concentration 10 weight %, vis-a-vis fiber temperature-holding region of length 8 cm and temperature 60 °C, unstretched fiber with 1600 m/min, after depositing, retracted. drawing was done with draw ratio 3.2 times unstretched fiber which is acquired preheat roll of 55 °C through, after that through the hot plate of 140 °C at once, drawn fiber of 75d/36f was acquired. property of yarn which is acquired is shown in the Table 2. This way drawn fiber because distribution high, crystallization is advanced, the peak value of density, birefringence ratio and thermal stress is high in comparison with range of this invention, in addition elongation is low in comparison with range of this invention. It tried to do drawing false-twisting in same way as Working Example 2 making use of this fiber, but yarn break and feather occur frequently, it was not possible to do drawing false-twisting.

## [Amendment 12]

## [Section of Amendment] Specification

## [Amendment Item] 0072

## [Amendment Method] Modification

## [Content of Amendment]

## [0072]

## [Table 1]

	極限 粘度 ( $\eta$ )	第一ロール			巻取 速度 m/min	巻取 張力 g/d	巻取 繰角 °
		温度 ℃	周速度 m/min	ラップ数 回			
実施例1	0.9	90	3200	6	3200	0.036	5.0
実施例2	0.9	90	2800	6	2800	0.030	5.0
実施例3	0.9	55	3200	10	3200	0.063	5.0
実施例4	0.9	140	3200	2	3250	0.032	6.0
実施例5	0.8	100	2200	20	2230	0.036	5.0
実施例6	0.9	90	3800	3	3760	0.118	5.0
実施例7	0.9	90	3200	5	3250	0.041	6.5
実施例8	0.9	90	3200	4	3200	0.072	5.0
実施例9	0.7	120	3250	5	3200	0.081	4.5
実施例10	0.7	80	3510	5	3500	0.093	4.5
実施例11	0.7	80	3040	5	3000	0.078	4.5
参考例1	0.9	90	3200	8	3200	0.032	5.0
参考例2	0.9	90	3200	6	3400	0.218	5.0
比較例1	0.9	140	1800	20	1850	0.032	5.0
比較例2	0.9	30	2500	6	2480	0.036	5.0
比較例3	0.9	70	4800	3	4750	0.227	5.0
比較例4	0.9	180	3200	3	3200	0.036	5.0
比較例6	0.9	—	—	—	—	—	—

【手続補正13】

[Amendment 13]

【補正対象書類名】明細書

[Section of Amendment] Specification

【補正対象項目名】0073

[Amendment Item] 0073

【補正方法】変更

[Amendment Method] Modification

【補正内容】

[Content of Amendment]

【0073】

[0073]

【表2】

[Table 2]

	線度	強度	伸度	U%	密度	結晶性	複屈折率	熱応力のピーク値	沸水収縮率	糸一条間の静摩擦係数	式(A)のGの値	油剤付着量重量%	バルジ率%	糸管の取り出し
	d	g/d	%	%	g/cm <sup>3</sup>			g/d	%					
実施例1	110	2.7	80	0.8	1.330	○	0.054	0.036	6	0.53	0.109	0.7	8	○
実施例2	110	2.5	92	1.2	1.324	○	0.050	0.042	7	0.53	0.129	0.7	5	○
実施例3	110	2.7	83	0.7	1.322	○	0.060	0.088	18	0.56	0.139	0.7	7	○
実施例4	110	2.8	75	1.2	1.338	○	0.049	0.022	4	0.52	0.098	0.7	17	○
実施例5	110	2.0	115	1.5	1.320	○	0.032	0.026	5	0.57	0.149	0.7	8	○
実施例6	110	3.0	65	0.7	1.330	○	0.055	0.100	9	0.52	0.099	0.6	18	○
実施例7	110	2.7	78	0.8	1.332	○	0.054	0.056	6	0.53	0.109	0.7	5	○
実施例8	50	2.8	75	0.9	1.335	○	0.060	0.105	5	0.33	0.139	0.7	11	○
実施例9	113	2.7	84	1.0	1.332	○	0.043	0.023	4	0.54	0.107	0.8	9	○
実施例10	113	2.9	78	0.9	1.324	○	0.046	0.078	8	0.55	0.117	0.7	13	○
実施例11	115	2.2	80	1.1	1.324	○	0.044	0.039	5	0.54	0.100	0.8	8	○
参考例1	110	2.7	85	1.1	1.325	○	0.054	0.036	5	0.45	0.029	2.5	25	○
参考例2	110	2.9	70	1.8	1.332	○	0.057	0.082	15	0.52	0.099	0.7	—	×
比較例1	110	1.7	128	2.9	1.314	○	0.028	0.008	8	0.57	0.149	0.7	2	○
比較例2	110	2.2	100	1.0	1.312	×	0.041	0.010	45	0.57	0.149	0.7	—	×
比較例3	110	3.3	55	2.1	1.344	○	0.081	0.085	8	0.53	0.109	0.6	—	×
比較例4	110	2.6	74	1.6	1.346	○	0.048	0.008	3	0.46	0.039	0.6	24	○
比較例6	75	4.1	38	0.8	1.344	○	0.073	0.360	13	0.43	0.143	1.0	—	—

【手続補正14】

[Amendment 14]

【補正対象書類名】明細書

[Section of Amendment] Specification

【補正対象項目名】0074

[Amendment Item] 0074

【補正方法】変更

[Amendment Method] Modification

【補正内容】

[Content of Amendment]

【0074】

[0074]

(注) 結晶性：(010)面に由来するピークが観察された : ○

(注) Crystallinity : (010) Peak which derives on surface was observed : .circ.

: (010)面に由来するピークが観察されなかった : ×

: (010) Peak which derives on surface did not observe : X

糸管の取出し：繊維を6kg巻取った時にスピンドルより糸管を取出すこと

Removal : of yarn bobbin When 6 kg retracting fiber, spindle twist yarn tube is removed thing

：○  
：○

Was possible, : .circ.

：繊維を6kg巻取った時にスピンドルより糸管を取出すこと

：When 6 kg retracting fiber, spindle twist yarn tube is removed thing

：×  
：×

Was not possible, : X

(比較例7) 延伸倍率を1.6倍とした以外は、比較例6と同様にして100d/36fの繊維を得た。部分配高繊維と同程度の破断伸度の繊維を得ようとしたが、延伸むらが発生し、糸径むらの大きい繊維しか得られなかった。この繊維のU%は3.5%と非常に大きく、他の物性はバラツキが非常

(Comparative Example 7) Other than designating draw ratio as 1.6-fold, fiber of 100d/36f was acquired to similar to Comparative Example 6. It tried to obtain portion distribution high fiber and fiber of the elongation at break of same extent, but drawing unevenness occurred, only fiber whose yarn diameter unevenness is

に大きく測定困難であった。

large it could acquire. U% of this fiber was large to 3.5 % and emergency the other property variation very to be large measurement difficult.